



MINES PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque

/-/-/-/-/-/-/-/-/-/

## THESE

pour obtenir le grade de  
**Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris**  
Spécialité Sciences et Génie des Matériaux

présentée et soutenue publiquement par

**Nicolas MARCHAL**

le 9 juin 2006

**Propagation de fissure en fatigue-fluage à haute température  
de superalliages monocristallins à base de nickel**

*Directeurs de thèse : Samuel FOREST  
Luc RÉMY*

### Jury

|      |                   |            |                          |
|------|-------------------|------------|--------------------------|
| Mme. | Sylvie POMMIER    | Présidente | ENS Cachan               |
| M.   | Franck GALLERNEAU | Rapporteur | ONERA                    |
| M.   | Jean PETIT        | Rapporteur | ENSMA                    |
| M.   | Bernard FEDELICH  | Examineur  | BAM                      |
| M.   | Samuel FOREST     | Examineur  | Ecole des Mines de Paris |
| M.   | Luc RÉMY          | Examineur  | Ecole des Mines de Paris |
| M.   | Arnaud SANSON     | Invité     | SNECMA                   |

**Centre des Matériaux P.M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris,  
B.P. 87, 91003 EVRY Cedex**

---



# Remerciements

Ces lignes qui ouvrent le mémoire de thèse sont généralement les premières que le lecteur parcourt, et les dernières que le doctorant écrit. Ainsi, c'est avec une réelle émotion que je mets un point final à ce travail en remerciant les nombreuses personnes qui m'ont aidées à le réaliser...

Ce travail de thèse s'est déroulé au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, dans un environnement de travail exceptionnel. Pour m'avoir accueilli en ce lieu, je remercie les directeurs du Centre des Matériaux : Jean-Pierre Trottier, qui a quitté ses fonctions peu avant la fin de ma thèse, et Esteban Busso, son successeur, que j'ai eu le plaisir de connaître dans le cadre du projet SOCRAX avant qu'il n'arrive au Centre des Matériaux.

Mes remerciements vont aussi naturellement aux personnes qui ont accepté de lire et de juger mon travail. Ainsi, je remercie Sylvie Pommier d'avoir accepté de présider le jury et de m'avoir posé des questions très intéressantes qui ont contribué à approfondir ma réflexion. J'exprime aussi ma gratitude à Jean Petit et à Franck Gallerneau qui ont accepté d'être rapporteurs. Jean Petit a apporté les lumières de son expertise dans le domaine des effets d'environnement à cette partie de ma thèse. Je tiens à remercier particulièrement Franck Gallerneau pour la lecture approfondie du mémoire et les nombreuses remarques pertinentes qu'il a formulées. J'ai aussi apprécié de pouvoir travailler à ses côtés dans le projet SOCRAX, qu'il a coordonné. Ce fut l'occasion de nombreux échanges sympathiques entre l'ONERA et l'Ecole des Mines.

Mes remerciements s'adressent bien entendu aussi à Bernard Fedelich, que j'ai également eu le plaisir de côtoyer pendant le projet. Il a su faire preuve d'une grande disponibilité pour répondre à mes questions sur son modèle et pour lire attentivement mon mémoire.

Je n'aurais jamais pu mener à bien ce travail sans l'aide de mes deux directeurs de thèse, Luc Rémy et Samuel Forest. C'est avec plaisir que je tiens à les remercier pour ce qu'ils m'ont apporté. La codirection de thèse a cet avantage qu'elle permet d'avoir deux visions différentes d'un même sujet, qu'il revient au thésard d'associer judicieusement...

Luc, merci de m'avoir confié ce sujet qui a connu un départ chaotique et de m'avoir fait confiance pour représenter le laboratoire aux réunions du projet. J'ai aussi aimé ta manière anticonformiste d'exposer ton point de vue et tes vastes connaissances. Malgré certaines incompatibilités d'emploi du temps, tu as pu m'en transmettre quelques unes et le projet est finalement arrivé à bon port !

Cette réussite je la dois aussi indéniablement à Samuel, qui a accepté d'encadrer cette thèse au pied-levé. Tu as toujours fait preuve d'un enthousiasme à toute épreuve, que tu arrives parfaitement à communiquer. J'ai aussi énormément apprécié tes conseils pertinents et ta formidable disponibilité. Je me souviendrai longtemps des 10000 idées qui fourmillent dans l'esprit quand on quitte ton bureau !

I also would like to thank all my german, english, greek, italian colleagues of the SOCRAX project. This was a great experience, although not easy at the beginning ! I will remember for a long time our SOCRAX meetings, which successfully combined advanced scientific dis-

cussions and friendly dinners. I hope that I will have the opportunity to meet you again, at a conference or workshop for example.

Bien entendu je n'oublie pas tous les collègues et amis du Centre des Matériaux, avec lesquels j'ai beaucoup aimé travailler mais aussi bavarder. Le départ ne fut pas facile ! Merci notamment à Jojo, Christophe, James, Michel, Liliane, Laurent, Grégory, Farida, Julie, Daniel et Odile pour leur aide.

Mon travail c'est principalement déroulé dans l'équipe CHT-M, notamment pour tous les aspects expérimentaux. C'est pour leur aide et les conversations enrichissantes que nous avons eues que je tiens à remercier sincèrement Steve, Yvon, Hugo, Alain, Loïc, Vincent et Véronique.

Last but not least, c'est un grand "MERCI" que j'adresse aux thésards que j'ai cotoyés au labo (je me risque à faire une liste...) : Alexandra et Fabien, mes collègues de bureau, Isabelle L. et Isabelle R., Nader, Stéphane, Sylvain, Laurent, Christophe, Mark, Ricardo, Anne-Sophie, Asmahana, Paulo, Kamel, Stéphanie, Valérie, Mélissa, Géraldine, Charlotte, Florian, Nikolay. Je n'oublie pas non plus Jean-Luc avec lequel j'ai passé de bons moments à échanger et confronter nos points de vue, aussi bien à l'ONERA qu'à des conférences.

Depuis le début 2006, une nouvelle aventure a commencé, et je tiens à remercier mes collègues et managers d'AREVA pour les encouragements et la compréhension dont ils ont fait preuve à la fin de la dernière ligne droite...

Sur un registre plus personnel, je voudrais témoigner à mes parents et à mes grands-parents ma profonde gratitude pour leur affection, leur confiance et la curiosité qu'ils ont avivée en moi. Même si les chemins de la vie sont parfois entravés, il existe toujours un moyen de contourner les obstacles. Je pense aussi à ma sœur et à mon frère que j'ai hélas oublié de remercier le jour de la soutenance. Je tiens également à exprimer ma reconnaissance à tous les autres membres de ma famille pour leur soutien. Ça fait plaisir !

Enfin, je tiens à dire merci de tout mon cœur à Amandine, qui m'a accompagné avec amour dans les moments difficiles, les périodes de doute et, finalement, les instants de bonheur intense. Merci pour tout !

*Erlangen, le 18 octobre 2006*

*Nicolas*



# Table des matières

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Table des matières</b>  | <b>i</b>  |
| <b>Introduction</b>  | <b>1</b>  |
| <b>1 Présentation des matériaux et des méthodes expérimentales</b>                 | <b>13</b> |
| 1.1 Présentation des matériaux . . . . .   | 13        |
| 1.1.1 Historique du développement des superalliages monocristallins . . . .        | 13        |
| 1.1.2 Microstructure et composition chimique . . . . .                             | 15        |
| 1.2 Moyens expérimentaux . . . . .   | 17        |
| 1.2.1 Essais de comportement mécanique . . . . .                                   | 17        |
| 1.2.2 Essais de fissuration . . . . .  | 18        |
| 1.3 Conclusions du chapitre 1 . . . . .  | 26        |
| <b>2 Comportement mécanique des superalliages monocristallins à base de nickel</b> | <b>27</b> |
| 2.1 Déformation des superalliages monocristallins . . . . .                        | 28        |
| 2.1.1 Mécanismes de déformation des monocristaux CFC monophasés . . .              | 28        |
| 2.1.2 Mécanismes de déformation des monocristaux CFC biphasés . . . .              | 31        |
| 2.1.3 Modélisation du comportement . . . . .                                       | 40        |
| 2.2 Présentation du modèle cristallographique phénoménologique . . . . .           | 40        |
| 2.2.1 Hypothèses et limitations . . . . .  | 41        |
| 2.2.2 Formulation du modèle . . . . .  | 41        |
| 2.2.3 Identification du modèle pour l'AM1 . . . . .                                | 43        |
| 2.3 Identification du modèle pour le PWA1483 à 950°C . . . . .                     | 46        |
| 2.3.1 Essais mécaniques effectués . . . . .  | 46        |
| 2.3.2 Procédure d'optimisation . . . . .   | 46        |
| 2.3.3 Résultats . . . . .  | 49        |
| 2.3.4 Comparaison avec d'autres modèles . . . . .                                  | 58        |
| 2.4 Conclusions du chapitre 2 . . . . .  | 69        |
| <b>3 Caractérisation expérimentale de la propagation de fissure</b>                | <b>71</b> |
| 3.1 Revue bibliographique . . . . .  | 71        |
| 3.1.1 Eléments de mécanique de la rupture . . . . .                                | 71        |
| 3.1.2 Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage . . . . .             | 77        |
| 3.1.3 Fissuration des superalliages monocristallins à base de nickel . . . .       | 83        |
| 3.2 Fissuration du PWA1483 . . . . .   | 88        |
| 3.2.1 Effet de l'orientation cristallographique . . . . .                          | 88        |
| 3.2.2 Effet de la fréquence en fatigue . . . . .                                   | 89        |
| 3.2.3 Effet d'un temps de maintien en traction . . . . .                           | 93        |

|          |  |            |
|----------|--|------------|
| 3.2.4    | Effet de l'environnement . . . . .   | 97         |
| 3.2.5    | Observation des chemins de fissuration . . . . .   | 97         |
| 3.3      | Fissuration de l'AM1 bas soufre . . . . .  | 104        |
| 3.3.1    | Effet de la fréquence en fatigue et effet d'environnement . . . . .  | 104        |
| 3.4      | Conclusions du chapitre 3 . . . . .  | 107        |
| <b>4</b> | <b>Fragilisation des superalliages par exposition à l'air à haute température</b>                              | <b>109</b> |
| 4.1      | Oxydation des superalliages à base de nickel . . . . .   | 110        |
| 4.1.1    | Mécanismes d'oxydation surfacique - cas du PWA1483 et de l'AM1 . .   | 110        |
| 4.1.2    | Interaction oxydation-déformation . . . . .  | 118        |
| 4.2      | Mise en évidence de la fragilisation du PWA1483 . . . . .  | 121        |
| 4.2.1    | Essais de fissuration . . . . .  | 121        |
| 4.2.2    | Observation des éprouvettes de PWA1483 . . . . .   | 124        |
| 4.2.3    | Conclusions sur la fragilisation du PWA1483 . . . . .  | 143        |
| 4.3      | Mise en évidence de la fragilisation de l'AM1 bas soufre . . . . .   | 143        |
| 4.3.1    | Rappels : étude de Fleury (1991) . . . . .   | 143        |
| 4.3.2    | Essais de fissuration sur AM1 bas soufre . . . . .   | 146        |
| 4.3.3    | Observation des éprouvettes d'AM1 bas soufre . . . . .   | 147        |
| 4.3.4    | Conclusions sur la fragilisation de l'AM1 bas soufre . . . . .   | 150        |
| 4.4      | Discussion . . . . .   | 151        |
| 4.4.1    | Origines possibles de la fragilisation . . . . .   | 151        |
| 4.4.2    | Lien entre longueur oxydée et longueur fragilisée . . . . .  | 151        |
| 4.5      | Conclusions du chapitre 4 . . . . .  | 153        |
| <b>5</b> | <b>Calculs de champs en pointe de fissure à haute température sous sollicitations cycliques</b>                | <b>155</b> |
| 5.1      | Abstract . . . . .   | 155        |
| 5.2      | Introduction . . . . .   | 156        |
| 5.3      | Computational tools . . . . .  | 158        |
| 5.3.1    | Constitutive laws . . . . .  | 158        |
| 5.3.2    | Loading sequence, mesh and boundary conditions . . . . .   | 158        |
| 5.4      | Creep-fatigue loading conditions . . . . .   | 160        |
| 5.4.1    | Results . . . . .  | 160        |
| 5.4.2    | Comparison with pure fatigue and pure creep loadings . . . . .   | 161        |
| 5.5      | Conclusions of chapter 5 . . . . .   | 165        |
| 5.6      | Acknowledgements . . . . .   | 165        |
| <b>6</b> | <b>Modélisation de la propagation de fissure</b>   | <b>167</b> |
| 6.1      | Approches locales de la rupture en fatigue . . . . .   | 168        |
| 6.1.1    | Propagation par accumulation d'endommagement à la pointe de la fissure   | 169        |
| 6.1.2    | Propagation par émoussissement plastique à la pointe de la fissure . . .                                       | 169        |
| 6.2      | Estimation de la vitesse de propagation de fissure par post-traitement de calculs par éléments finis . . . . . | 171        |
| 6.2.1    | Origines du modèle . . . . .   | 171        |
| 6.2.2    | Programmation du modèle et mise en œuvre . . . . .   | 173        |
| 6.2.3    | Identification des paramètres . . . . .  | 175        |
| 6.2.4    | Validation du modèle . . . . .   | 180        |
| 6.2.5    | Conclusions sur le modèle de post-traitement . . . . .   | 181        |
| 6.3      | Modélisation par la mécanique de l'endommagement continu . . . . .   | 185        |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 6.3.1    | Présentation du modèle . . . . .  | 185        |
| 6.3.2    | Implantation du modèle et mise en œuvre . . . . .   | 188        |
| 6.3.3    | Exemple simple : rupture d'un élément de volume . . . . .                                 | 189        |
| 6.3.4    | Simulations 2D de propagation de fissure . . . . .  | 193        |
| 6.4      | Discussion et perspectives . . . . .  | 212        |
| 6.4.1    | Modèle de post-traitement . . . . .   | 212        |
| 6.4.2    | Modèle d'endommagement continu . . . . .  | 214        |
| 6.5      | Conclusions du chapitre 6 . . . . .   | 216        |
|          | <b>Conclusion générale et perspectives</b>  | <b>217</b> |
| <b>A</b> | <b>Compléments sur les lois de comportement utilisées</b>                                 | <b>223</b> |
| <b>B</b> | <b>Compléments sur la fissuration</b>   | <b>231</b> |
| <b>C</b> | <b>Simulation de l'influence de la préfissuration sur les champs en traction monotone</b> | <b>237</b> |
|          | <b>Bibliographie</b>  | <b>243</b> |



# Introduction

Le transport aérien et la production d'électricité n'ont a priori pas grand chose en commun. Pourtant, ces deux secteurs font appel de plus en plus fréquemment aux turbines à cycle de Rankine. Ces turbomachines ont été inventées simultanément dans les années 1930 par Sir Frank Whittle en Grande-Bretagne et Hans von Ohain en Allemagne. Ce dernier fait voler le premier turboréacteur, le HeS3, sur le Heinkel He 178 en Août 1939 (figure 1). Mais ce n'est qu'après la deuxième guerre mondiale que cette technologie va se développer très rapidement, grâce à l'aviation. Les turboréacteurs équipent d'abord les avions militaires, puis ils contribuent au développement de l'aviation civile de masse, dans les années 1960 et 1970. C'est alors que vient l'idée d'adapter ces turboréacteurs à la production d'électricité, avec l'immense avantage de pouvoir produire de fortes puissances avec un dispositif peu encombrant et rapidement opérationnel.

De nos jours, les turboréacteurs sont indispensables à l'aviation moderne (figure 1). Ce sont devenus des machines très complexes, qui représentent jusqu'à un tiers du prix total d'un avion de ligne. Quant aux turbines terrestres, grâce aux progrès technologiques réalisés, elles sont passées du statut de station d'appoint à celui d'alternative crédible pour des unités de grande puissance.



*Figure 1:* A gauche, le premier avion à turboréacteur : le Heinkel He 178. A droite, soixante ans plus tard, le Rafale de Dassault Aviation, équipé du turboréacteur M88-2.

## Problématique

### Rendement des turbines

L'une des préoccupations principales des constructeurs est l'amélioration du rendement de leurs turbomachines. Or, le rendement thermique <sup>1</sup> est directement lié à la température des gaz brûlés à la sortie de la chambre de combustion. En effet, il vaut :

---

<sup>1</sup>Le rendement thermique n'est qu'une des composantes du rendement total. Dans le cas des turboréacteurs, il faut aussi tenir compte du rendement propulsif, qui traduit la réaction due à l'éjection des gaz.

$$\eta_{thermique} = 1 - \frac{T_{entree}}{T_{sortie}} \quad (1)$$

La température de sortie des gaz brûlés de la chambre de combustion est aussi appelée Température d'Entrée Turbine (TET). En effet, la turbine haute pression, placée juste à la sortie de la chambre de combustion (figure 2), est chargée de convertir l'énergie cinétique des gaz brûlés en énergie mécanique, qui sert à entraîner le compresseur à l'avant du moteur, et un alternateur dans le cas des turbines terrestres. La recherche de la TET la plus élevée possible a conduit très rapidement au problème technologique de la tenue des composants à haute température : chambre de combustion, turbine haute pression (disque et aubes fixes et mobiles).

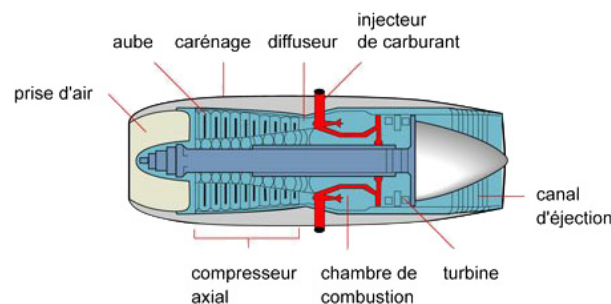


Figure 2: Schéma illustrant le fonctionnement d'un turboréacteur.

## Endommagement des aubes

Dans la turbine haute pression, les aubes mobiles sont les pièces qui subissent les sollicitations les plus endommageantes. On peut citer les facteurs suivants :

- Température des gaz brûlés très élevée, souvent supérieure à la température de fusion des alliages ;
- Forts gradients thermiques, notamment lors des phases de décollage et d'atterrissage ;
- Fluage dû à la force centrifuge ;
- Corrosion à chaud : présence de  $Na_2SO_4$  et de  $NaCl$  ;
- Contraintes locales élevées à cause des formes complexes ;
- Fatigue vibratoire dans certaines zones.

L'endommagement est donc dû à de la fatigue-fluage anisotherme. De plus, à cause des gradients thermiques, des formes complexes, et de la différence de coefficient de dilatation entre la barrière thermique et le substrat, l'état de contrainte est multiaxial et varie dans le temps. Ces phénomènes réduisent fortement la durée de vie des aubes. C'est pourquoi des solutions technologiques ont été trouvées pour améliorer leur tenue et permettre de nouveaux gains en TET.

## Solutions technologiques

Trois axes de recherche principaux ont permis d'améliorer la durée de vie des aubes mobiles et d'augmenter fortement la température d'entrée turbine :

- Le développement de nouveaux alliages ;
- Le refroidissement des aubes ;
- Le dépôt de revêtements protecteurs.

Nous allons expliquer brièvement les progrès effectués dans ces trois domaines.

### **Nouveaux alliages**

Dans les années 1930, lorsqu'apparaissent les premiers turboréacteurs, les superalliages existent déjà. Ils ont été découverts par Bedford, Pilling et Merica en 1929 (Sims *et al.*, 1987), dans le cadre des recherches sur les alliages résistant à la corrosion (aciers inoxydables austénitiques notamment). Ces chercheurs ont constaté que l'adjonction de faibles quantités de titane et d'aluminium à un alliage nickel-chrome "80/20" engendrait une augmentation significative de la résistance en fluage. Dès lors, les superalliages connaissent un fort développement, suscité principalement par les progrès de l'aviation militaire.

Les recherches sur de nouvelles compositions chimiques d'alliages et de nouveaux modes d'élaboration sont très importantes dans les années 1950 et 1960. A cette époque, les aubes sont encore pleines et non-revêtues, et l'augmentation de la TET n'est due qu'aux progrès des alliages structuraux. Dans les années 1960, la technique du refroidissement des aubes apparaît, mais le développement de nouveaux alliages se poursuit intensément, grâce à la croissance du secteur aéronautique. C'est à cette époque qu'apparaissent les superalliages à microstructure colonnaire, obtenus par solidification dirigée (Versnyder et Guard, 1960). Versnyder et ses collaborateurs (Pratt & Whitney) contribuent très fortement aux progrès dans ce domaine. A la fin des années 1960, les premiers revêtements protecteurs apparaissent (alumine). C'est en 1970 que naissent les premiers superalliages monocristallins, qui repoussent encore les limites de la résistance en fluage (Versnyder et Shank, 1970). A partir de 1975–1980, les superalliages monocristallins à la composition chimique dédiée apparaissent. Ils connaissent jusqu'à aujourd'hui un grand succès pour l'application aubes de turbines, notamment pour les moteurs militaires et les nouvelles turbines terrestres à haut rendement.

### **Refroidissement**

La technique du refroidissement est apparue au début des années 1960. L'idée est d'éviter les aubes jusqu'alors massives pour faire circuler de l'air froid sous pression à l'intérieur. L'air froid est prélevé au niveau du compresseur. Avec les progrès de l'aérothermique, ces systèmes évoluent, jusqu'à l'élaboration de techniques très élaborées ("film cooling"), qui nécessitent un réseau complexe de circulation de l'air à l'intérieur des aubes, et de nombreuses perforations, notamment au bord d'attaque et au bord de fuite (figure 3). Cette technique a deux inconvénients : les trous de refroidissement induisent des concentrations de contraintes propices à l'amorçage de fissures et le rendement aérodynamique est altéré par la présence d'un film d'air à la surface de l'aube (Sims *et al.*, 1987). De plus, l'usinage laser des trous de refroidissement engendre des microfissures.

Néanmoins, les avantages en termes de refroidissement et de gain en TET surpassent ces inconvénients.

### **Revêtements protecteurs**

Durant les premières années du développement des superalliages, les températures d'entrée turbine étaient beaucoup plus basses qu'elles ne le sont actuellement. Ainsi, la formation d'oxyde de chrome  $Cr_2O_3$  suffisait à protéger l'alliage des gaz oxydants. Puis, avec l'augmentation de l'oxydation due à l'élévation des températures, il devint nécessaire d'améliorer la protection des alliages. C'est ainsi qu'on se mit à diminuer la concentration de chrome (de 18% à 15%, voire 10%) au profit de celle d'aluminium (jusqu'à 5%), qui forme un oxyde



Figure 3: Aube de turbine HP et ses trous de refroidissement.

$Al_2O_3$ , l'alumine, plus stable que  $Cr_2O_3$  (avec le bénéfice supplémentaire d'accroître la quantité de  $\gamma'$ ). Cependant, les températures continuant à augmenter, le phénomène de corrosion à chaud devint problématique, car il altère la couche d'oxyde protectrice. Or l'optimisation de la composition chimique destinée à accroître la résistance à l'oxydation ne peut se poursuivre sans causer une dégradation des propriétés mécaniques.

C'est pourquoi les premiers revêtements destinés à protéger le superalliage de la corrosion apparaissent à la fin des années 1960. Il s'agit d'un dépôt de superalliage à base de fer, cobalt ou nickel, dont la composition est subtilement étudiée pour optimiser la formation d'oxydes d'aluminium très résistants. Ces revêtements vont continuer à être améliorés jusqu'aux couches protectrices actuelles, de type  $MCrAlY$  où  $Y$  désigne l'élément yttrium, et  $M$  désigne soit le nickel, soit le chrome, ou bien les deux.

Un immense pas est franchi lorsque les barrières thermiques (BT) apparaissent à la fin des années 1970, initialement pour protéger les chambres de combustion. Il s'agit d'oxydes épais (tels l'oxyde d'yttrium  $Y_2O_3$  stabilisé avec de la zircone  $ZrO_2$ ) qui permettent de diminuer la température du substrat, autorisant ainsi une augmentation de la TET et une diminution de l'endommagement.

Actuellement, tous les composants soumis aux hautes températures sont revêtus de couches protectrices, voire de barrières thermiques. C'est un sujet de recherche très important, l'écaillage des revêtements pouvant engendrer la ruine très rapide de la pièce.

Ces travaux de recherche en aérothermique, mécanique et matériaux ont permis, entre 1970 et 1990, d'augmenter la TET de cinq degrés par an en moyenne, apportant des gains substantiels en performances et en consommation. Actuellement, la température d'entrée turbine est nettement supérieure à la température de fusion du superalliage des aubes (TET du M88-2 :  $1577^\circ C^2$  ;  $T_f$  de l'AM1 :  $1362^\circ C$  (Hanriot, 1993)). La recherche se poursuit donc sur ces pièces chaudes, dans les domaines du développement de nouveaux alliages, du refroidissement des aubes, et des revêtements protecteurs.

---

<sup>2</sup>Selon la notice technique du M88-2, disponible sur [www.snecma.com](http://www.snecma.com)



## Spécificités des turbines aéronautiques et terrestres

Même si les turboréacteurs et les turbines terrestres à gaz reposent sur le même principe thermodynamique, il existe des différences importantes entre ces deux technologies du point de vue des conditions de fonctionnement.

### Turbines aéronautiques

Les superalliages monocristallins sont majoritairement utilisés dans les turboréacteurs pour applications militaires (combat). Ainsi, l'alliage AM1 a été développé conjointement par Snecma, l'ONERA, l'Ecole des Mines de Paris et IMPHY S.A. (brevet de 1983), pour le moteur M88 destiné au Rafale. Ce moteur a évolué et est actuellement dénommé M88-2 (figure 4). Dans ce type d'application, les cycles de fonctionnement sont de courte durée, mais complexes. Des écarts de température et de régime extrêmement importants s'enchaînent rapidement lors d'une mission. Ainsi, le décollage est une phase critique qui voit la température d'entrée turbine passer de l'ambiante à plus de  $1500^{\circ}\text{C}$ , et le régime moteur passer de 0 à 16000 t/min. Le matériau des aubes est donc sollicité en fatigue oligocyclique anisotherme. Durant un vol, la température du superalliage peut atteindre  $1100^{\circ}\text{C}$ , avec une température moyenne de  $950^{\circ}\text{C}$ . Il convient d'ajouter que la densité est un facteur important dans le cas de pièces aéronautiques. Ainsi, une forte concentration en rhénium (3 à 6 % massique) augmente la masse volumique, qui passe d'environ  $8\text{ g/cm}^3$  à  $9\text{ g/cm}^3$ . Bien que les monocristaux de superalliages à base de nickel soient principalement utilisés dans les moteurs militaires, de nombreux constructeurs commencent à les employer dans leurs moteurs civils, avec à la clé un meilleur rendement. Ceci signifie que les alliages doivent être adaptés à des conditions d'utilisation différentes : régime de croisière, périodes de fonctionnement plus longues (notamment avec les développement des vols longs courriers). D'où la nécessité de s'intéresser aussi à l'endommagement de fluage.

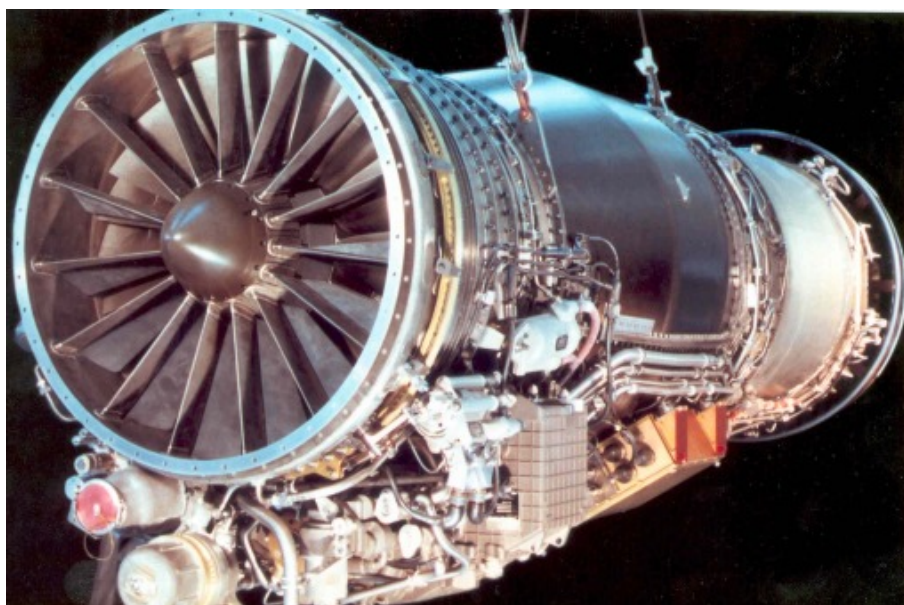


Figure 4: Turboréacteur M88-2 équipant le Rafale.

## Turbines terrestres

Les turbines terrestres, appelées aussi turbines industrielles à gaz, ont pour fonction de produire de l'électricité. Le rendement est donc un facteur extrêmement important, qui a d'importantes répercussions sur le coût de l'énergie électrique produite. Le rendement global, qui atteint près de 40% pour une turbine simple, peut être porté à 65% grâce au cycle combiné. Cette technique consiste à disposer un échangeur à la sortie de la turbine, qui va récupérer les gaz encore assez chauds (450 à 500°C) pour produire de la vapeur et alimenter une turbine à vapeur. A l'extrême, en plaçant des dispositifs de refroidissement de l'air en entrée et de récupération de chaleur en sortie, on peut atteindre des rendements de 85%. Siemens Power Generation produit une gamme étendue de turbines industrielles. La dernière génération offre des puissances plus importantes et un rendement accru (figure 5). Les aubes de turbine mobiles figurent parmi les pièces les plus critiques dans ce type de machine. C'est la raison pour laquelle Siemens utilise le superalliage monocristallin PWA1483 pour fabriquer les aubes haute pression des premier et deuxième étages, en dépit du coût très élevé du matériau. Il existe des différences avec les turboréacteurs :

- Les durées de fonctionnement continu sont plus longues, tout comme les durées de vie désirées. Le fluage est donc prépondérant ;
- Les puissances mises en jeu sont beaucoup plus importantes : de 4 mégawatt à plus de 250 mégawatt (un turboréacteur a une puissance d'environ 40 mégawatt) ;
- Les températures sont généralement plus basses : la température d'entrée turbine est de 1350°C maximum, ce qui correspond à une température extradors de 850-950°C et à une température intrados de 600-700°C ;
- Les vitesses de rotation plus faibles : 3000 à 4000 t/min, contre 16000 t/min pour le M88-2 ;
- Le critère de la densité est moins critique, les pièces n'étant pas susceptibles de voler.

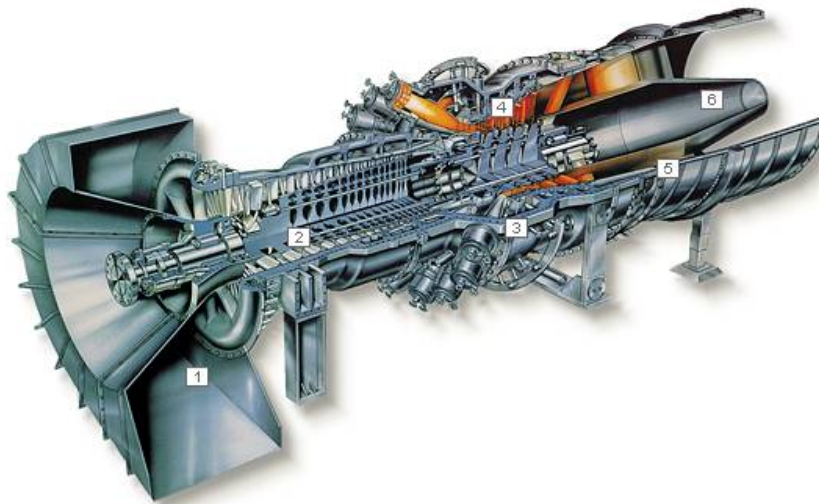


Figure 5: Turbine à gaz Siemens Power Generation.

## Calculs de durée de vie

Même si les monocristaux de superalliages à base de nickel présentent d'excellentes propriétés mécaniques à chaud et s'endommagent beaucoup moins que les polycristaux, la prévision de la durée de vie des aubes est un problème crucial. Ces calculs sont tout d'abord nécessaires pour mieux appréhender les questions de maintenance. Mais ils sont aussi indispensables dans le domaine des études, où l'on cherche à améliorer l'efficacité des pièces en changeant leur conception, ce qui est susceptible de nuire gravement à la durée de vie de la structure. C'est pour ces raisons que des efforts très importants ont été consacrés à la recherche sur ces matériaux.

## Etude du comportement mécanique

Tout d'abord, l'étude du comportement mécanique à haute température a été nécessaire, de façon à estimer les contraintes et déformations sur ces pièces à la géométrie complexe (Poubanne, 1989; Hanriot, 1993). Cela n'est pas simple en raison de l'anisotropie cubique du matériau, de la viscoplasticité qui apparaît à haute température, et des sollicitations cycliques complexes (fatigue, fatigue-fluage, surcharges). La compréhension des mécanismes de déformation plastique à haute température a permis de développer des modèles de comportement, que l'on peut scinder en deux familles : la première est issue de la théorie des invariants (critère de Hill modifié) (Nouailhas et Culié, 1991), alors que la deuxième est basée sur la description micromécanique des mécanismes de déformation (loi de Schmid) (Méric, 1991). Ce dernier type de loi est le plus utilisé.

## Modèles de durée de vie actuels

La deuxième phase d'étude des superalliages monocristallins a porté sur la caractérisation de leur endommagement (Defresne, 1989; Fleury, 1991; Vasseur, 1993). Plusieurs facteurs influent sur l'endommagement : l'orientation cristallographique, la fréquence, l'environnement. Des études fractographiques ont permis de montrer que les fissures s'amorcent principalement sur des défauts de fonderie (porosités) ou bien sur des carbures interdendritiques, qui sont particulièrement sensibles à l'oxydation. Il n'est pas facile de distinguer l'amorçage de la propagation de fissure. D'après l'étude de Fleury sur l'AM1 (Fleury, 1991), on peut considérer qu'une microfissure de 50  $\mu\text{m}$  constitue l'amorçage au sens métallurgique, alors que pour l'ingénieur, l'amorçage correspond à une fissure de quelques dixièmes de mm. Dans ce cas, la durée de vie de la pièce est égale au temps d'amorçage. L'amorçage au sens de l'ingénieur comprend donc une phase de micro-propagation de fissure. Des modèles de durée de vie "ingénieur" à l'amorçage ont donc été développés et implantés dans des codes de calcul, notamment dans ZéBuLoN pour l'AM1. Il s'agit de post-traitements de calculs cycliques élasto-viscoplastiques. Ces modèles sont actuellement utilisés en bureau d'études.

## Futurs modèles de durée de vie

Il s'avère que les modèles classiques de durée de vie à l'amorçage sont souvent trop conservatifs. Ils ne décrivent pas bien la croissance de fissure courte qui a lieu entre l'amorçage "métallurgique" et l'amorçage au sens de l'ingénieur. C'est pourquoi il est nécessaire d'améliorer les modèles de durée de vie actuels en y incorporant une modélisation explicite de la propagation de fissure. On pourra ainsi réduire le conservatisme des modèles tout en garantissant la durée de vie de la pièce en cas de non détection de fissure par les moyens de contrôle non destructif. Cette amélioration des modèles de durée de vie ouvre aussi des perspectives

en termes de conception des pièces et de maintenance.

La propagation de fissure à partir des défauts des pièces doit être bien comprise. Il est donc nécessaire de mener des essais de propagation de fissure pour reproduire les phénomènes suivants :

- Les fréquences de sollicitation doivent couvrir une large plage, des “hautes” fréquences, correspondant aux cycles de marche/arrêt, aux très basses fréquences (incluant des temps de maintien), qui correspondent au régime stationnaire de la turbine ;
- Pour les turbines terrestres, des essais de fissuration en fluage pur doivent aussi être menés ;
- L’influence de l’orientation cristallographique doit être caractérisée ;
- La température de référence est de 950°C, aussi bien pour l’AM1 que pour le PWA1483. Néanmoins, des essais de fissuration doivent être conduits à des températures supérieures et inférieures, afin de décrire l’hétérogénéité des températures sur l’aube ;
- Les rapports de charge appliqués doivent couvrir une large plage, de -1 à +1, afin de reproduire les conditions de propagation sous chargement variable ;
- L’effet de l’oxydation sur la propagation de fissure doit être étudié.

Le projet européen SOCRAX dans lequel s’inscrit cette thèse vise justement à améliorer les prédictions de durée de vie grâce à la prise en compte de la propagation des fissures.

### Le projet européen SOCRAX

Ce projet (référence G5RD-CT-2002-00819) fait partie du programme de recherche “Growth” financé par la Commission Européenne. Son intitulé exact est “Expanding the limits of single crystal superalloys through short crack fracture mechanics analysis”.

Il s’agit d’un projet d’une durée de quatre ans, du premier décembre 2002 au trente novembre 2006, avec un début effectif caractérisé par le “kick-off meeting” du trois février 2003. Dix partenaires de cinq pays de l’Union Européenne sont partie prenante (figure 6).



Figure 6: Localisation des dix partenaires du projet européen SOCRAX.

Dans le cadre du projet, deux superalliages monocristallins à base de nickel sont étudiés : l’AM1, qui est utilisé par Snecma pour l’élaboration de certaines aubes de la turbine haute pression du M88-2, et le PWA1483, qui est un alliage d’origine Pratt & Whitney, utilisé par

Siemens Power Generation pour certaines aubes haute pression.

L'objectif du projet est d'élaborer des modèles de durée de vie reposant sur la prise en compte de la propagation des fissures courtes. Il est attendu que ces modèles soient moins conservatifs que ceux utilisés actuellement. Pour atteindre cet objectif, plusieurs étapes sont nécessaires. Les principales sont :

1. Une étude expérimentale du comportement de l'alliage PWA1483, pour lequel il n'existait pas de base de données suffisante (partenaires : CNR-IENI, ENSMP, Siemens) ;
2. L'identification de lois de comportement pour le PWA1483 pour des sollicitations variées (une loi a déjà été identifiée par Hanriot pour l'AM1 (Hanriot, 1993))(partenaires : BAM, ENSMP, Imperial College, NTUA) ;
3. Une importante campagne d'essais de fissuration en fatigue et fatigue-fluage sur l'AM1 et le PWA1483, de façon à préciser les mécanismes d'avancée de fissure et à obtenir des données macroscopiques (partenaires : BAM, CNR-IENI, ENSMP, IMMG, Imperial College, MTU, ONERA, Siemens, Snecma) ;
4. Le développement de modèles de propagation de fissure basés sur l'étude locale des mécanismes de propagation de fissure (partenaires : ENSMP, Imperial College, ONERA) ;
5. L'implantation des modèles dans différents codes de calcul par éléments finis (partenaires : ENSMP, Imperial College, ONERA) ;
6. La confrontation des modèles aux essais de fissuration effectués (partenaires : ENSMP, Imperial College, ONERA) ;
7. La réalisation d'essais de propagation de fissure plus proches des conditions réelles : géométries complexes (réseau de trous par exemple), chargements anisothermes (partenaires : ENSMP, IMMG, ONERA, Siemens, Snecma) ;
8. L'application des modèles à ces essais complexes (partenaires : BAM, ENSMP, Imperial College, MTU, NTUA, ONERA, Siemens, Snecma).

Notons que parallèlement au point 4, d'autres partenaires (BAM, MTU, NTUA, Snecma) ont choisi d'appliquer les outils de la mécanique de la rupture au monocristal. Ces modèles ont aussi été confrontés aux essais (point 6). En ce qui concerne les partenaires qui ont décidé de modéliser la propagation de fissure en décrivant les mécanismes à proximité de la pointe de fissure, il y a deux tendances principales. L'Imperial College et l'ONERA ont fait le choix de traiter le problème en utilisant des éléments cohésifs à proximité de la pointe de fissure, alors que l'Ecole des Mines de Paris a préféré utiliser la mécanique de l'endommagement, c'est-à-dire considérer un dommage volumique. La simulation précise des champs mécaniques à la pointe de fissure associée à une loi d'endommagement la plus physique possible constitue ce que l'on appelle "l'approche locale de la rupture".

## Plan du manuscrit

Il illustre la démarche suivie pour arriver aux modèles de propagation de fissure proposés dans le dernier chapitre. La figure 7 schématise la méthodologie.

Ainsi, le premier chapitre est dévolu à la présentation des matériaux étudiés et des méthodes expérimentales employées pour l'étude du comportement mécanique et de la fissuration. On précise notamment les techniques utilisées pour les essais de propagation de fissure sous vide à haute température.

Le deuxième chapitre est consacré au comportement mécanique des superalliages monocristallins à base de nickel. Après une étude bibliographique couvrant les mécanismes et leur modélisation, on présente les résultats de l'identification des paramètres du modèle de Cailletaud (Méric *et al.*, 1991) pour le PWA1483 à 950°C. Afin d'avoir une bonne réponse en fatigue-fluage, on a introduit un terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique. Enfin on analyse nos résultats à l'aune de ceux obtenus avec deux modèles dérivés de celui de Cailletaud. Cette étape d'identification d'une loi de comportement est particulièrement importante dans le cas de l'approche locale, pour laquelle on étudie l'activité des systèmes de glissement à la pointe de fissure (chapitre 5), qui est ensuite utilisée pour modéliser la propagation de fissure (chapitre 6).

Le troisième chapitre concerne la caractérisation expérimentale de la propagation de fissure dans l'AM1 et le PWA1483. Les effets d'orientation de fissure, de fréquence et de forme de cycle ont été étudiés dans l'air. L'influence de l'environnement a aussi été caractérisée grâce à des essais sous vide à haute température.

Le quatrième chapitre est complémentaire puisqu'il traite de la fragilisation du matériau à la pointe d'une fissure suite à une exposition prolongée à haute température sous air. Des essais permettant de mettre en évidence ce phénomène ont été menés pour les deux alliages. Une étude fractographique et chimique permet de quantifier certains aspects du phénomène. Ces données serviront à enrichir la modélisation de la propagation de fissure sous sollicitations anisothermes.

Le cinquième chapitre est une version "enrichie" d'un article à paraître dans *Computational Materials Science* (Marchal *et al.*, 2006). Il porte sur le calcul de l'activité des systèmes de glissement à la pointe d'une fissure soumise à un chargement de fatigue-fluage. Ce chapitre fait le lien entre le deuxième chapitre, qui traite de la loi de comportement cristallographique, et le dernier chapitre, qui traite de la modélisation de la propagation de fissure grâce à l'exploitation de ces champs.

Le sixième et dernier chapitre est justement consacré à la modélisation de la propagation de fissure. Il s'agit d'un chapitre de synthèse : les modèles proposés sont basés sur l'approche locale de la rupture en fatigue. Les simulations utilisent la loi de comportement identifiée au chapitre 2 pour calculer les champs de contraintes et de déformations (chapitre 5). Ces champs sont utilisés pour calculer l'avancée de fissure. Les vitesses de propagation sont comparées aux résultats du chapitre 3. Les deux modèles répondent à des besoins complémentaires. Le premier modèle est un post-traitement appliqué sur des calculs par éléments finis de fissures statiques. Il sert à estimer une vitesse de fissuration en fonction des conditions de chargement. Le deuxième modèle est un modèle de mécanique de l'endommagement continu, couplé à la plasticité. La fissure se propage donc explicitement dans la structure. Il permet de prédire non seulement la vitesse de la fissure, mais aussi d'éventuelles bifurcations de fissure, souvent observées dans les monocristaux de superalliages.

*Cette version du mémoire de thèse est publique. Pour des raisons de confidentialité, les graduations de certains axes ont été masquées. Nous prions le lecteur de bien vouloir nous excuser pour ce désagrément.*

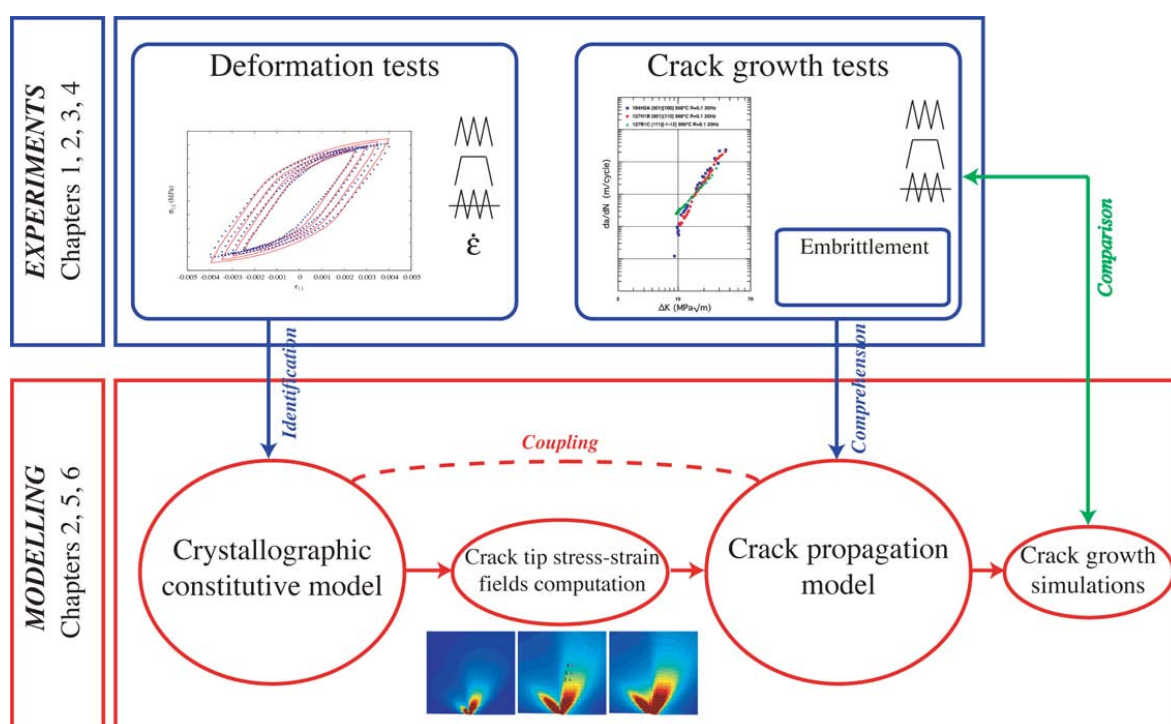


Figure 7: Schéma d'ensemble des étapes nécessaires à la modélisation par l'approche locale de la rupture.





# Chapitre 1

## Présentation des matériaux et des méthodes expérimentales

### Sommaire

|            |   |           |
|------------|---|-----------|
| <b>1.1</b> | <b>Présentation des matériaux</b>                             | <b>13</b> |
| 1.1.1      | Historique du développement des superalliages monocristallins | 13        |
| 1.1.2      | Microstructure et composition chimique                        | 15        |
| <b>1.2</b> | <b>Moyens expérimentaux</b>                                   | <b>17</b> |
| 1.2.1      | Essais de comportement mécanique                              | 17        |
| 1.2.2      | Essais de fissuration   | 18        |
| <b>1.3</b> | <b>Conclusions du chapitre 1</b>                              | <b>26</b> |

Ce premier chapitre a deux objectifs : premièrement, situer les deux alliages étudiés dans l'historique du développement des superalliages et présenter leurs caractéristiques chimiques et microstructurales. Deuxièmement, décrire les moyens expérimentaux et les méthodes qui ont servi pour l'étude du comportement mécanique et de la propagation de fissures longues, ce qui est nécessaire pour une bonne compréhension des résultats expérimentaux présentés dans le chapitre 3.

### 1.1 Présentation des matériaux

#### 1.1.1 Historique du développement des superalliages monocristallins

Comme nous l'évoquions dans l'introduction, le développement (composition et procédés d'élaboration) des superalliages a été très intense dans les années 1950 et 1960. Mais un bond technologique a été fait en 1960, lorsque Versnyder (Versnyder et Guard, 1960) a montré l'intérêt des alliages à solidification dirigée (méthode de Bridgman) pour les aubes de turbine haute pression. La figure 1.1 montre l'amélioration obtenue en fluage grâce à cette innovation. Ce gain est dû à deux choses : premièrement, le fait que les joints de grain sont parallèles à la direction de la sollicitation principale réduit énormément l'apparition d'endommagement de fluage aux joints de grain. Deuxièmement, la direction principale de l'aube correspond dorénavant à la direction de croissance ( $\langle 001 \rangle$ ), selon laquelle le module d'élasticité est le plus faible, ce qui réduit les contraintes d'origine thermique par rapport à la configuration équiaxe.

Une nouvelle étape est franchie avec l'avènement des premiers monocristaux, en 1970 (Versnyder et Shank, 1970). L'alliage 444 de Pratt & Whitney représente l'évolution monocristalline du Mar-M200 (à solidification dirigée). L'élimination des joints de grain réduit encore l'endommagement de fluage et augmente les durées de vie (figure 1.1). On peut voir sur la figure 1.2, les différences entre une aube équiaxe, à microstructure colonnaire et une aube monocristalline.

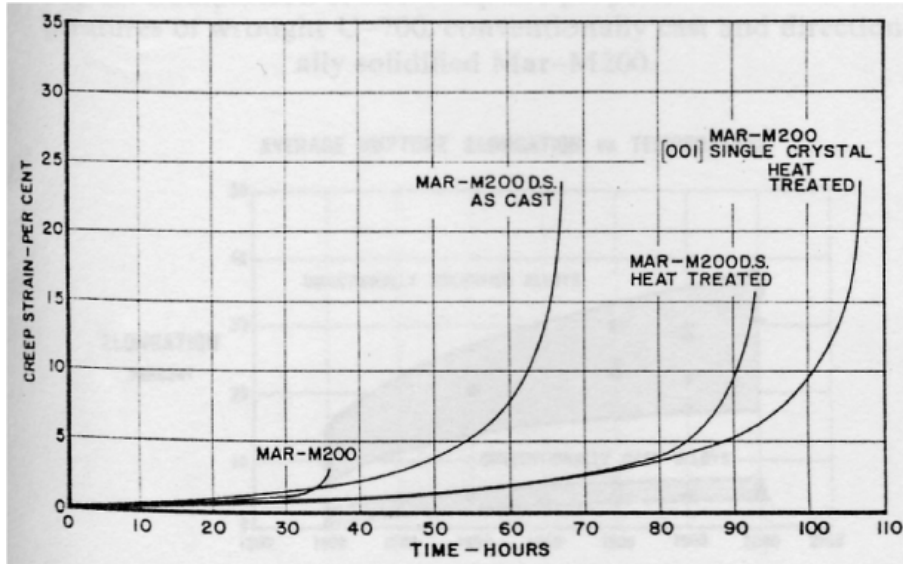


Figure 1.1: Illustration des gains obtenus en fluage avec des microstructures colonnaires et monocristallines (d'après (Sims *et al.*, 1987)).

Ce n'est qu'à partir de 1980 qu'apparaissent les superalliages monocristallins dont la composition est spécifiquement étudiée pour la forme monocristalline. C'est la première génération de superalliages à base de nickel monocristallins. On peut citer notamment le PWA1480 (ou "alloy 454") de Pratt & Whitney, qui apparaît en 1980. C'est un descendant de l'alliage 444. Dans ces années, naissent les CMSX-2, CMSX-3 (Cannon-Muskegon, USA), René N4 (General Electric, USA), AM1 (Snecma, ONERA, ARMINES, IMPHY S.A., France), AM3 (ONERA, France) et PWA1483 (Pratt & Whitney, USA).

La deuxième génération de superalliages monocristallins apparaît à partir de 1985. Elle est caractérisée par la présence de rhénium, à hauteur de 3% en masse. Cet élément réduit la cinétique de coalescence de la phase  $\gamma'$ , durcit la matrice  $\gamma$  et augmente l'écart paramétrique entre les précipités et la matrice, ce qui améliore la résistance au fluage et à la fatigue à haute température. Par contre, la masse volumique et le coût augmentent, alors que la sensibilité à la précipitation de phases intermétalliques fragiles et aux défauts de fonderie est accrue. Les alliages représentatifs de cette génération sont le CMSX-4 (Cannon-Muskegon, USA), René N5 (General Electric, USA) et PWA1484 (Pratt & Whitney, USA).

La troisième génération naît en 1990. Elle contient une plus grande proportion de rhénium (jusqu'à 6% en masse), ce qui commence à poser problème : par exemple, des phases fragiles se forment plus facilement dans la matrice  $\gamma$  et des grains parasites apparaissent. Les inconvénients deviennent prépondérants. Quelques exemples d'alliages de troisième génération : CMSX-10 (Cannon-Muskegon, USA), René N6 (General Electric, USA), TMS-75 (NIMS, Japon). Ces alliages sont très peu utilisés, mais on peut cependant citer l'utilisation du CMSX-10 pour la fabrication d'aubes de turbine basse pression non refroidies dans un moteur Rolls-Royce.

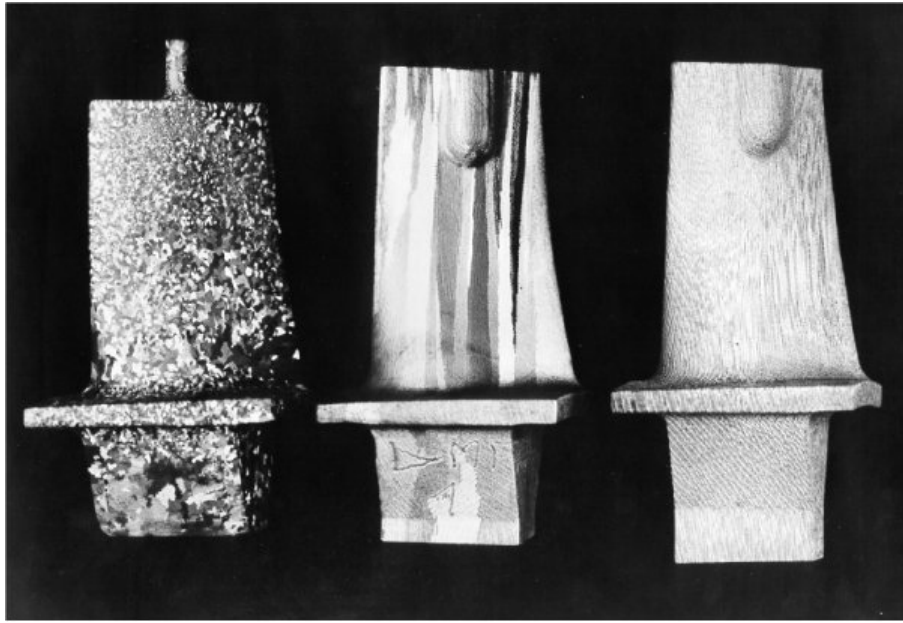


Figure 1.2: Evolution de la microstructure des aubes en superalliage à base de nickel : équiaxe, colonnaire, monocristalline.

La quatrième génération est apparue en 1996 et continue à être développée. Elle est caractérisée par une adjonction de ruthénium et d'iridium. En présence de rhénium, le ruthénium évite la formation de précipités intermétalliques fragiles. Cela permet d'obtenir des alliages aussi résistants que ceux de troisième génération, tout en étant plus légers et plus stables. On peut citer quelques alliages de quatrième génération : MX4, EPM102 (General Electric, Pratt & Whitney, NASA, USA), TMS-138 (NIMS/IHI, Japon), MC-NG (ONERA, France). Des explications supplémentaires peuvent être trouvées dans (Caron, 2000).

Les deux alliages étudiés ici sont des superallages monocristallins à base de nickel de première génération. Il s'agit de l'AM1 et du PWA1483. Bien qu'étant de première génération, ils possèdent d'excellentes propriétés mécaniques à chaud. L'AM1 a particulièrement été étudié au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, notamment dans l'équipe de Luc RÉMY. Les premières études ont porté sur le comportement mécanique du matériau : (Poubanne, 1989; Méric, 1991; Hanriot, 1993). L'endommagement du matériau a aussi été étudié : du point de vue expérimental (Fleury, 1991), et sous des aspects plus numériques (Cardona, 2000; Boubidi et Sievert, 2002; Flouriot, 2004). En ce qui concerne le PWA1483, c'est la première fois qu'il est étudié au Centre des Matériaux. Il a été l'objet de quelques études : (Nazmy *et al.*, 2002; Nazmy *et al.*, 2003), y compris une étude sur son application aux grandes aubes de turbines terrestres (Shah et Cetel, 2000).

### 1.1.2 Microstructure et composition chimique

Ces alliages sont obtenus par solidification dirigée (méthode de Bridgman). Ils présentent une structure cubique à faces centrées, biphasée : une matrice austénitique  $\gamma$  est pourvue de précipités intermétalliques durcissants  $\gamma'$ , qui représentent environ 70 % du volume du matériau. Leur structure est, selon la nomenclature d'Heusler, de type  $L1_2$ , c'est-à-dire du type  $Ni_3(Al, Ti)$ . Les précipités ont une forme régulière, pseudo-cuboïdale (figure 1.3), avec une taille moyenne proche de  $0.5 \mu m$ . Les deux phases cristallisent en cohérence, avec une différence de paramètre de maille inférieure à 0.5 % entre la phase  $\gamma'$  et la phase  $\gamma$ . Cette dif-

férence est absorbée par simple déformation locale du cristal, ce qui engendre des contraintes internes. Ces contraintes, dites “contraintes de cohérence”, participent au durcissement de ces alliages en créant des obstacles au déplacement des dislocations.

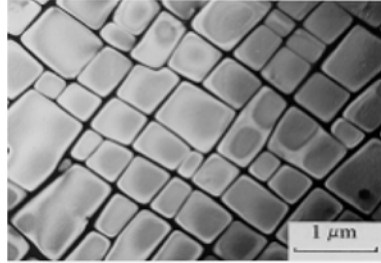


Figure 1.3: Microstructure biphasée d'un superalliage monocristallin à base de nickel.

La solidification de ces superalliages est dendritique (figure 1.4) : il existe une ségrégation macroscopique qui engendre des différences de composition chimique entre les dendrites et les espaces interdendritiques. On trouve par exemple des carbures dans les espaces interdendritiques, ce qui a des répercussions sur l'oxydation du matériau et son endommagement. Il est nécessaire d'ajouter que la nature monocristalline de ces superalliages à maille cubique à faces centrées leur confère un comportement mécanique anisotrope (anisotropie cubique : trois constantes d'élasticité, cf. chapitre 2).

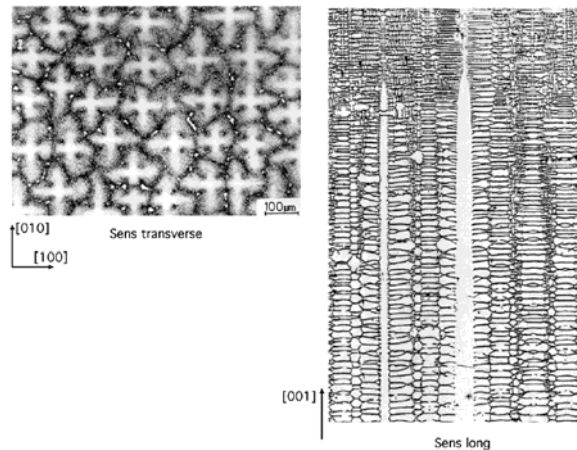


Figure 1.4: Structure dendritique d'un superalliage monocristallin à base de nickel.

Le PWA1483 est fondu par Howmet Castings et nous est fourni par Siemens sous forme de plaques. Aucun traitement thermique supplémentaire n'est nécessaire. L'AM1 est fondu et fourni par Snecma (Davidson *et al.*, 1983), sous forme de plaques (pour éprouvettes CT) ou de barreaux (pour éprouvettes LCF ou SEN par exemple). Un dernier traitement thermique de revenu (870°C/16h) a dû être réalisé au Centre des Matériaux une fois les éprouvettes usinées (procédure classique chez Snecma qui permet de diminuer les contraintes résiduelles d'usinage). La composition chimique nominale des deux alliages est indiquée dans le tableau 1.1.

Ces alliages étant de première génération, ils ne contiennent pas d'éléments tels que le rhénium (qui améliore les propriétés en fluage), le ruthénium ou l'irridium. L'AM1 reçu dans le cadre de SOCRAX diffère de celui utilisé dans les études précédentes (notamment dans les thèses

| Element | Cr   | Co  | Mo  | W   | Ta  | Al  | Ti  | C     | Ni   |
|---------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-------|------|
| AM1     | 8.0  | 6.0 | 2.0 | 6.0 | 9.0 | 5.2 | 1.2 | 0.003 | Bal. |
| PWA1483 | 12.8 | 9.0 | 1.9 | 3.8 | 4.0 | 3.6 | 4.0 | 0.067 | Bal. |

Tableau 1.1: Composition chimique nominale des deux alliages étudiés (% massique). Sources : (Hanriot, 1993) pour l'AM1 et (Viswanathan et Scheirer, 2001) pour le PWA1483.

de Hanriot (Hanriot, 1993) sur le comportement et de Fleury sur l'endommagement et la fissuration (Fleury, 1991)). Il contient beaucoup moins de soufre que l'ancien AM1 (dit "AM1 standard"). On constate par ailleurs que le PWA1483 contient plus de carbone que l'AM1 (mesures de Nazmy (Nazmy *et al.*, 2003)), ce qui est confirmé par les carbures présents sur les photos MEB (chapitre 4). C'est souvent le cas pour les alliages destinés aux turbines terrestres car une forte proportion de carbone permet de stabiliser les joints de grain susceptibles d'apparaître sur de grandes structures.

## 1.2 Moyens expérimentaux

De nombreux essais mécaniques ont été réalisés tout au long de cette thèse, aussi bien pour caractériser le comportement mécanique des matériaux que la propagation de fissures longues à haute température.

### 1.2.1 Essais de comportement mécanique

Le but de la thèse était d'obtenir des outils numériques pour la propagation de fissures. Ceci nécessite donc d'avoir des lois de comportement robustes, aptes à caractériser de façon précise la déformation des alliages considérés pour des sollicitations variées. En effet, l'état de contraintes et de déformations à la pointe de la fissure est très complexe, notamment pour des chargements incluant des temps de maintien. C'est pourquoi la loi constitutive que l'on cherche à identifier doit permettre une description correcte du comportement sur un domaine de sollicitations très large. Ceci est d'autant plus important que nous avons choisi de modéliser la propagation de fissure par l'approche locale de la rupture en fatigue.

On dispose déjà d'une loi de comportement pour l'AM1, identifiée par Hanriot à de nombreuses températures entre l'ambiante et 1100°C, pour des sollicitations de traction et fatigue. En ce qui concerne le PWA1483, aucune loi de comportement n'avait été identifiée jusqu'à présent, et c'était l'un des objectifs du programme européen. C'est pour cette raison qu'une vaste campagne d'essais de comportement a été initiée, avec pour température cible 950°C. Dans ce cadre, j'ai effectué des essais de fatigue et fatigue-relaxation (niveau de déformation constant et écrouissage cyclique), pour deux orientations cristallographiques ( $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ ).

#### 1.2.1.1 Orientation et géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes utilisées, cylindriques de type LCF (Low Cycle Fatigue), sont représentées sur la figure 1.5. Elles ont été prélevées dans les plaques de PWA1483 de façon à garantir un très bon respect de l'orientation cristallographique : un cliché de Laue est effectué sur chaque plaque, en haut et en bas (de façon à tenir compte de la rotation de réseau entre les deux extrémités de la plaque lors de la coulée). On détermine alors l'angle selon lequel les éprouvettes doivent être prélevées. Un calcul permet de tenir compte de la désorientation qui

subsiste, caractérisée par deux angles  $\theta$  et  $\rho$  (dont la définition est donnée dans l'annexe A). Ces valeurs sont reportées dans la figure 2.18 du chapitre 2.

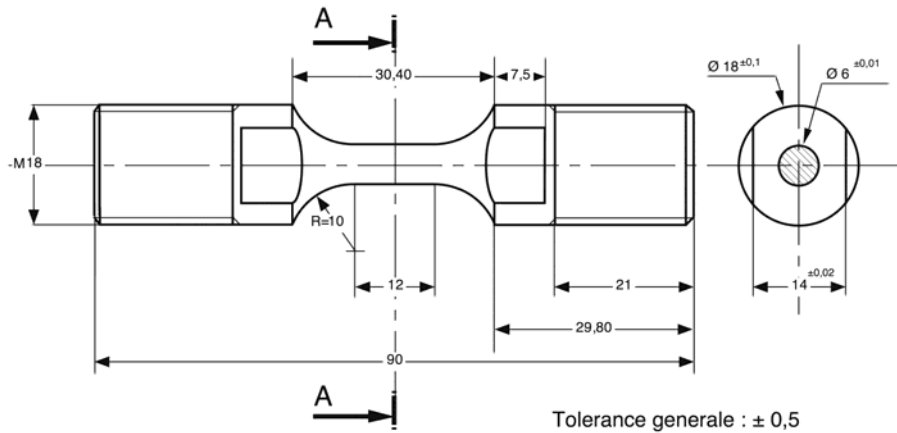


Figure 1.5: Epreuve LCF utilisée pour les essais de comportement.

### 1.2.1.2 Dispositif expérimental

Tous les essais mécaniques ont été effectués sur une machine hydraulique INSTRON 8502 (figure 1.6), en contrôle de déformation. Le pilotage de la machine s'effectue directement sur le pupitre, tandis que l'acquisition est confiée à un ordinateur. Les hautes températures sont atteintes grâce à un four à lobes, pourvu de 4 lampes halogènes de 1500 W chacune, ce qui permet d'atteindre une température maximale de 1200°C au foyer du four. Le dépouillement des essais s'effectue de façon automatique grâce à une macro Excel.

Pour les essais d'écrouissage cyclique (pour mémoire, il s'agit d'augmenter par palier durant l'essai le niveau de déformation imposé, après que la réponse du matériau s'est stabilisée), on a suivi une procédure systématique : 5 cycles sont effectués à chaque niveau de déformation, sachant qu'à 950°C les boucles contrainte-déformation sont stabilisées dès 3 à 4 cycles pour ce matériau.

### 1.2.2 Essais de fissuration

Le but de la thèse étant d'obtenir des outils numériques pour simuler la propagation de fissure, il est indispensable de caractériser expérimentalement les principaux phénomènes intervenant dans la propagation de fissure dans les monocristaux, de façon à en tenir compte dans les modèles. C'est la raison pour laquelle une importante campagne d'essais a été lancée, sur le PWA1483 et l'AM1. Nous avons choisi de nous intéresser à la propagation des fissures longues car les phénomènes qui interviennent dans la propagation de fissure en fatigue-fluage sont complexes, et l'étude exclusive des fissures courtes n'aurait fait qu'accroître la difficulté de compréhension des phénomènes majeurs. D'autre part, les résultats d'essais sur fissures longues peuvent être comparés à ceux sur fissures courtes menés par les autres partenaires, ce qui augmente les possibilités d'analyse des mécanismes sous-jacents à la propagation de fissure dans ces matériaux.

Nous disposons déjà d'une importante base de données expérimentale pour l'AM1 standard, à 650°C, 950°C et 1100°C, établie durant la thèse de Fleury (Fleury, 1991). Cependant, elle comportait principalement des résultats d'essai en fatigue à haute fréquence (20 Hz), et surtout aucun en fatigue-fluage. De plus, nous n'avons aucun résultat d'essai de fissuration

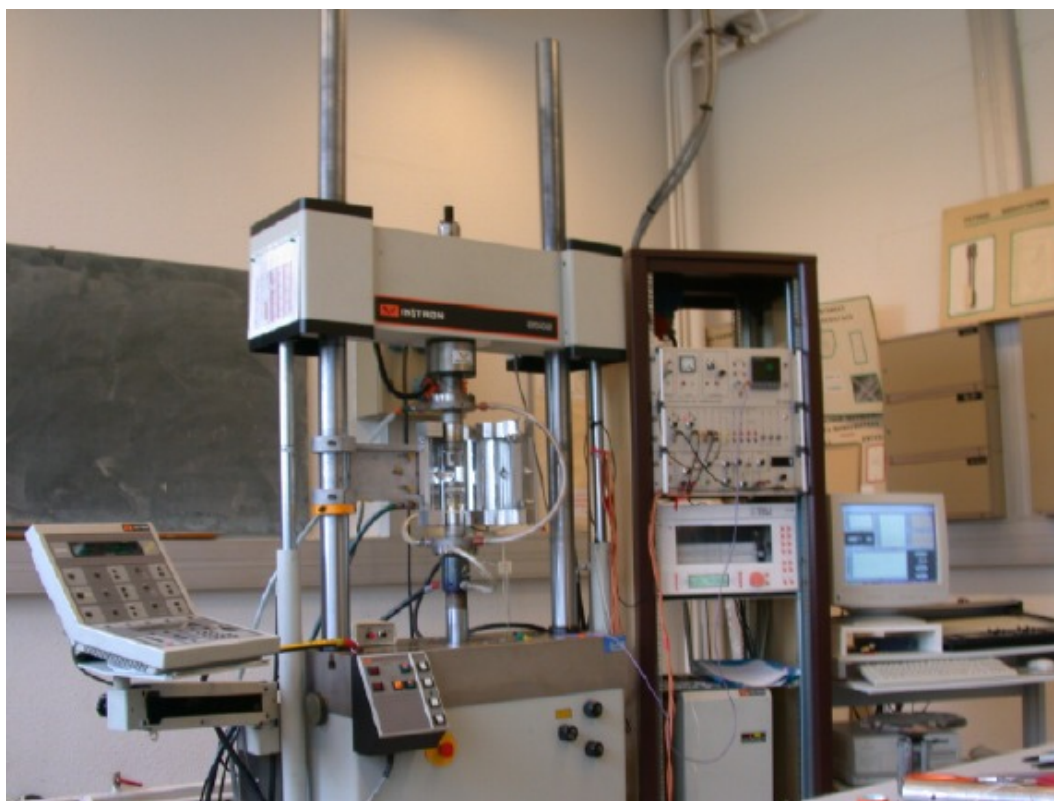


Figure 1.6: Machine hydraulique INSTRON 8502 utilisée pour les essais.

sur AM1 bas soufre. C'est pour ces raisons que nous avons effectué des essais complémentaires sur AM1 bas soufre.

L'essentiel du travail expérimental de propagation de fissure a été conduit sur des éprouvettes de PWA1483. Nous avons voulu tester le rôle des facteurs suivants sur la croissance des fissures :

- Orientation cristallographique de la fissure ;
- Fréquence des sollicitations en fatigue ;
- Influence des temps de maintien en traction sur la propagation de fissure ;
- Environnement : air/vide.

C'est la raison pour laquelle de nombreux essais mécaniques ont été conduits, certains étant extrêmement longs (fatigue-fluage et essais sous vide, d'une durée allant jusqu'à trois mois). Tous les essais ont été conduits en cherchant à respecter au maximum la norme internationale ASTM E-647/91 (E647-91, 1991), et la norme AFNOR A03-404/1991, toutes deux dévolues aux essais de fissuration en fatigue sur métaux polycristallins.

#### 1.2.2.1 Orientation et géométrie des éprouvettes

Tous les essais présentés dans cette thèse ont été effectués sur des éprouvettes CT16 (Compact Tension) (figure 1.7). Elles ont une longueur de ligament  $w$  de 32 mm (distance centre des goupilles-extrémité de l'éprouvette face au chevron). Ces éprouvettes sont issues de la mécanique de la rupture, mais adaptées à la fatigue, notamment par le biais d'une réduction de leur épaisseur (6 mm au lieu de 8 mm). Comme pour les éprouvettes LCF, une attention particulière a été portée au prélèvement des éprouvettes. L'orientation du cristal dans les

plaques de PWA1483 ayant été déterminée par Laue en retour, on a calculé la position précise des éprouvettes, permettant de garantir la meilleur adéquation possible entre la direction de propagation souhaitée et celle réellement obtenue. La technique du Laue en retour (figure 1.8) a été utilisée sur plusieurs éprouvettes pour vérifier leur bonne orientation. Dans tous les cas on a constaté moins de  $5^\circ$  d'erreur.

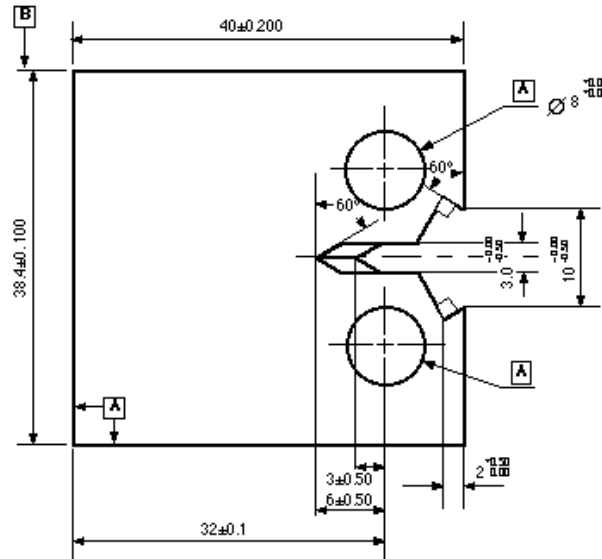


Figure 1.7: Eprouvette CT16 utilisée pour les essais de fissuration.

### 1.2.2.2 Dispositif expérimental

Les essais ont été conduits en grande partie sur une machine hydraulique SCHENCK (figure 1.9), qui permet d'atteindre des fréquences très élevées (de l'ordre de 30 Hz), ce qui diminue la durée des préfissurations notamment. Cependant, pour des raisons de durée d'essai et de coût de fonctionnement de la machine, tous les essais de fissuration avec temps de maintien et sous vide ont été réalisés sur une machine de fatigue électromécanique INSTRON. Le four utilisé est identique à celui décrit pour les essais LCF. La machine est pilotée en charge, à partir du pupitre. Le suivi de fissure est effectué grâce à une méthode de potentiel électrique.

Dans le cas des essais assez courts sur la machine Schenck, le potentiel est tracé sur un enregistreur papier. Ainsi, le dépouillement des essais se fait manuellement. Nous avons parfois mesuré le COD (Crack Opening Displacement), en plaçant un extensomètre au niveau de l'entaille de l'éprouvette (visible sur la figure 1.7). Dans ce cas, nous avons parfois fait appel à un ordinateur pour l'acquisition des signaux, ou bien nous avons simplement tracé des boucles charge-ouverture, afin de détecter la charge à ouverture  $P_{ouv}$  et de calculer l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes efficace.

Dans le cas des essais de fatigue-fluage sur la machine à vis INSTRON, les données telles que potentiel, position de la traverse, ouverture de l'extensomètre, ont été enregistrées par ordinateur, à raison d'un cycle mémorisé tous les dix cycles.

### 1.2.2.3 Préfissuration des éprouvettes

Toutes les éprouvettes CT sont préfissurées avant l'essai de fissuration proprement dit. La préfissuration a lieu à  $650^\circ\text{C}$ , ce qui s'avère être un bon compromis entre la température



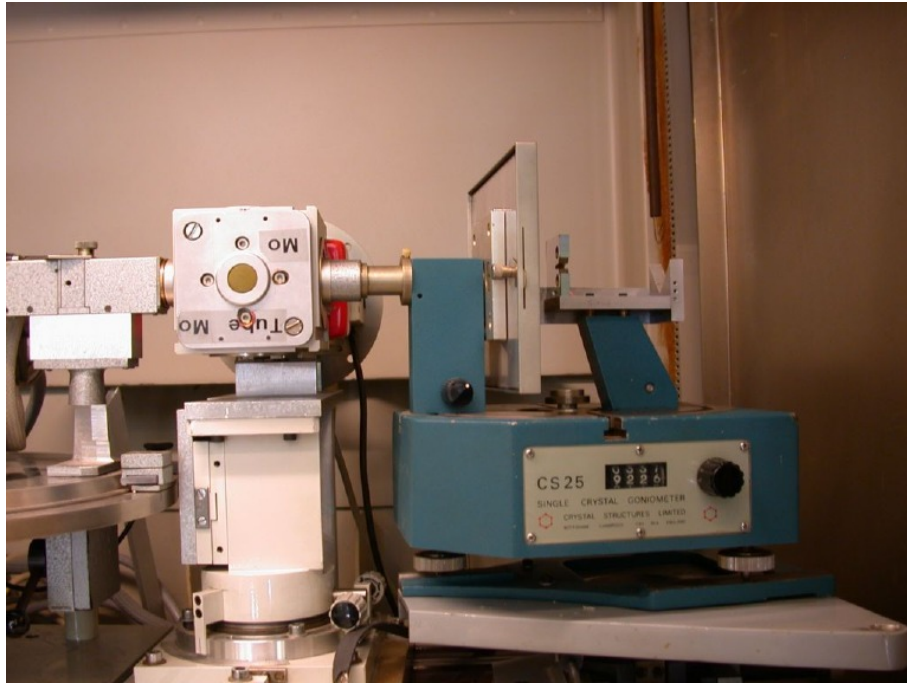


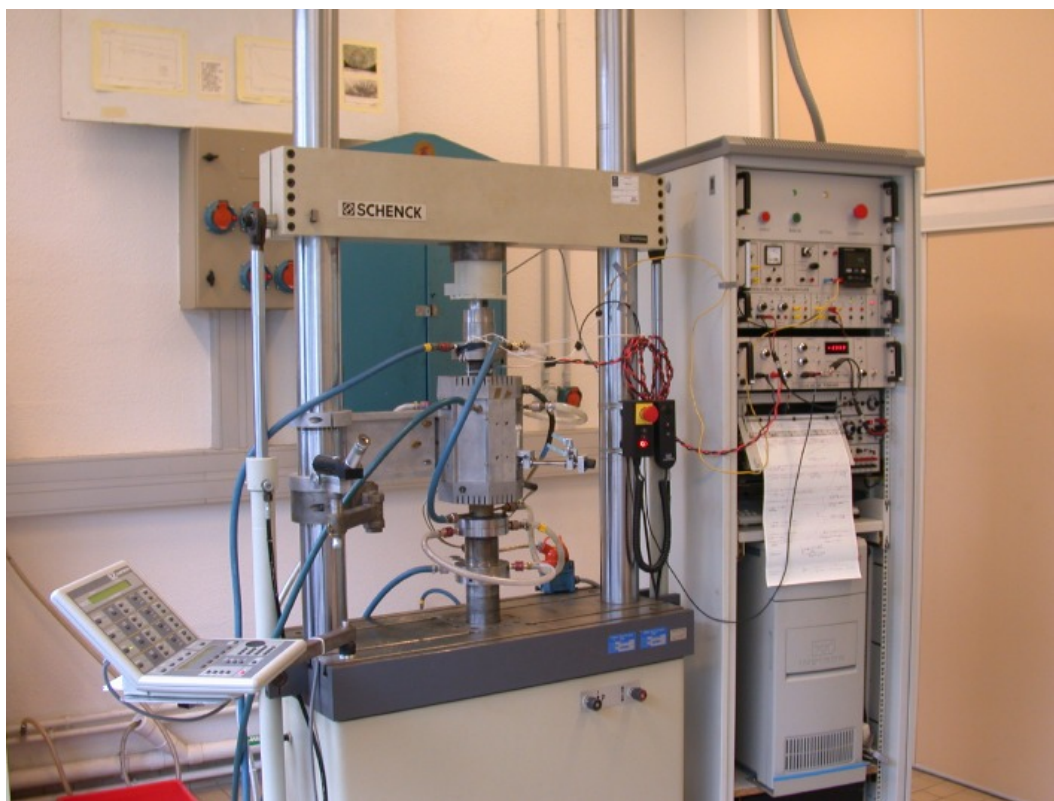
Figure 1.8: Aperçu du dispositif expérimental de Laue en retour.

ambiante, pour laquelle le comportement du matériau favorise trop la bifurcation de fissure, et les hautes températures (par ex.  $950^{\circ}\text{C}$ ) pour lesquelles les effets de l'oxydation deviennent trop importants. On préfissure à une fréquence de 25 Hz, de façon à limiter la durée de la préfissuration, et par conséquent les effets de l'oxydation. Le rapport de charge est de 0,1. On effectue la préfissuration en diminuant par paliers de 10% la charge appliquée à l'éprouvette, ce qui permet de réduire progressivement la vitesse de la fissure et la taille de la zone plastique, sans bloquer prématurément la fissure. Ainsi, on cherche à avoir un  $\Delta K$  en fin de préfissuration nettement inférieur à celui de début de fissuration pour que l'essai de fissuration soit aussi peu affecté que possible par la préfissuration. Généralement, les éprouvettes sont préfissurées jusqu'à  $a/w = 0,3$ , sauf dans le cas des essais de fatigue-fluage, pour lesquels on préfissure jusqu'à  $a/w = 0,35$  (on rappelle que pour les CT16,  $w = 32$  mm). En effet, on souhaite avoir dès le début de l'essai un  $\Delta K$  élevé (de l'ordre de  $10\text{-}11 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ), sans pour autant appliquer une charge très élevée, qui aurait pour inconvénient d'engendrer un fluage des goupilles, voire des lignes de charge.

Trois à quatre arrêts sont effectués lors de la préfissuration, pour mesurer optiquement la fissure. Cela permet de calibrer la méthode de mesure de la longueur de fissure par différence de potentiel. De plus, comme nous mesurons la fissure sur chaque face de l'éprouvette, nous pouvons constater une éventuelle dissymétrie de longueur de la fissure. On insère alors des cales au niveau des goupilles, de manière à rétablir un front de fissure symétrique.

#### 1.2.2.4 Méthodologie de fissuration

La fissuration est effectuée à amplitude de charge constante. C'est la croissance de la fissure qui fait augmenter  $\Delta K$  et cause l'accélération progressive de la fissure. On applique initialement une amplitude de facteur d'intensité des contraintes de l'ordre de  $8 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ , ce qui correspond généralement au stade I de la propagation de fissure. Il est important de noter que les points obtenus aux faibles valeurs de  $\Delta K$  doivent être considérés avec prudence. En



*Figure 1.9:* Machine hydraulique Schenck utilisée pour la fissuration.

effet, ils sont obtenus en début de fissuration, lorsque la zone plastique due à la préfissuration joue encore un rôle non négligeable. Pour mesurer de façon correcte les seuils de propagation de fissure, il faut effectuer un essai à charge décroissante, comme lors de la préfissuration, jusqu'à l'arrêt de la fissure.

### 1.2.2.5 Méthode électrique de suivi de fissure

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer l'évolution de la longueur de fissure durant un essai de fissuration :

- Méthodes optiques (manuelles ou automatisées) ;
- Mesure de compliance de l'éprouvette ;
- Méthodes électriques : courants de Foucault, différence de potentiel...

C'est la méthode de mesure par différence de potentiel électrique (electric potential drop technique), étalonnée par des mesures optiques ponctuelles, que nous avons utilisée pour tous nos essais. En effet, elle présente les avantages suivants :

- Mesure précise de la longueur de fissure, même à haute température (Clark et Knott, 1975) ;
- Mesure continue, y compris dans des environnements variés (air/vide) ;
- Utilisation relativement simple ;
- Mesure globale (tridimensionnelle) de la longueur de fissure ;
- Adaptable aux essais anisothermes (Hartman et Johnson, 1987).

Cette technique est utilisée depuis plus de vingt ans au Centre des Matériaux et dans de nombreux autres laboratoires, où elle a été validée et améliorée continûment. Cependant,

cette méthode de mesure nécessite de prendre certaines précautions pour obtenir de bons résultats :

- La calibration de la méthode doit être réalisée soigneusement. Plusieurs possibilités existent, nous détaillons dans le paragraphe suivant la technique utilisée ici ;
- L'isolation électrique de la machine doit être très bonne ;
- La stabilité et la sensibilité du système de mesure doivent être excellentes. Dans ce domaine, un progrès très important a été l'apparition des générateurs de courant pulsé. Par rapport aux systèmes à courant continu, ils permettent une réduction du bruit très importante et évitent la dérive du zéro, tout en limitant l'échauffement de l'éprouvette et des fils d'alimentation. Les systèmes à courant alternatif sont quant à eux trop onéreux et complexes ;
- Certains phénomènes physiques peuvent perturber la mesure. La résistivité du matériau est modifiée par la déformation plastique. Dans le cas des fissures longues, on reste en plasticité confinée, et ce phénomène peut être négligé. Ce n'est pas le cas pour les fissures courtes (éprouvettes SEN – Single Edge Notch). Par ailleurs, l'oxydation engendre la formation d'une couche d'oxyde semi conductrice sur les lèvres de la fissure, qui peut parfois perturber la mesure en cas de fermeture de fissure. Ceci peut être évité grâce à une synchronisation entre la mesure et l'ouverture maximale de la fissure.

Depuis les années 1960, de nombreux articles ont été publiés sur les méthodes de mesure de longueur de fissure par différence de potentiel ((Johnson, 1965; Clark et Knott, 1975; Baudin et Polichella, 1978; Ritchie et Bathe, 1979; Hartman et Johnson, 1987)). Le principe de mesure est toujours le même : un courant d'intensité constante traverse l'éprouvette. La résistivité du matériau étant constante, la croissance de la fissure diminue la surface efficace de l'éprouvette, ce qui augmente sa résistance globale. Ceci génère une différence de potentiel accrue, que l'on mesure grâce à deux sondes judicieusement placées. La calibration de la méthode (c'est-à-dire la détermination du lien qui existe entre la longueur de la fissure et la différence de potentiel mesurée) est une étape primordiale. Trois méthodes principales de calibration ont été proposées :

- Méthode de calibration empirique. Il existe dès lors deux possibilités :
  1. On trace des points dans un graphe longueur de fissure - potentiel, et on calibre un polynôme d'ordre 5. On a alors une relation du type  $\frac{a}{w} = f(\frac{V}{V_0})$ . Le principal inconvénient est que cette méthode n'est pas très précise pour les fissures courtes, car la courbe de calibration est faite une fois pour toutes.
  2. On utilise une formule assez complexe proposée par Johnson (Johnson, 1965), qui permet de faire le lien entre la longueur de fissure et la différence de potentiel.
- Méthode de calibration par des calculs éléments finis : elles se sont développées depuis la fin des années 1970 ((Ritchie et Bathe, 1979)). Il s'agit de résoudre l'équation de Laplace par la méthode des éléments finis, avec comme inconnue nodale le potentiel électrique. Ainsi, on résout le système  $K\Phi = Q$ , où  $K$  est la matrice de conductivité du système,  $\Phi$  est le vecteur contenant les valeurs nodales du potentiel et  $Q$  est le vecteur courant imposé aux frontières du domaine ;
- Méthode de calibration théorique. C'est celle que nous avons retenue.

Les méthodes de calibration dites "théoriques" reposent sur la résolution de l'équation de Laplace (1.1) pour une géométrie et des conditions aux limites fixées :

$$\nabla^2(\phi(x, y)) = 0 \tag{1.1}$$

où  $\phi$  est le potentiel électrique stationnaire en un point de coordonnées  $(x, y)$  de l'éprouvette. Ces techniques sont plus précises que les techniques empiriques, notamment pour les fissures courtes et l'amorçage de fissure, comme l'a montré Clark (Clark et Knott, 1975). Pour une géométrie et des conditions aux limites simples, cette équation peut être précisée, comme l'a fait par exemple (Milne-Thomson, 1968), en considérant l'écoulement stationnaire et irrotationnel d'un fluide incompressible, ce qui peut être comparé au cas d'un éprouvette plate, semi-infinie, pourvue d'un défaut aigu. Dans ce cas de figure, illustré par la figure 1.10, on peut trouver une solution analytique à l'équation 1.1, en utilisant une transformation conforme pour simplifier les calculs. Le principe de ce calcul est expliqué dans l'annexe B.

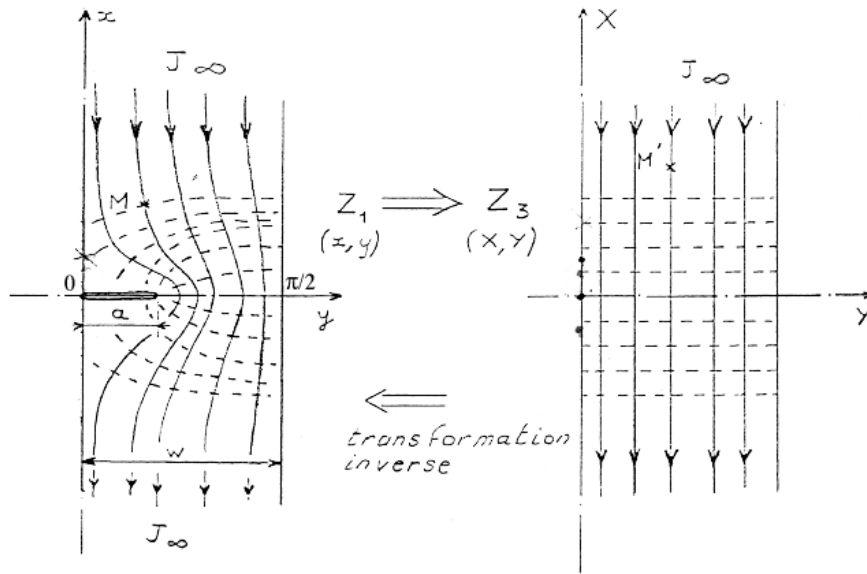


Figure 1.10: Lignes de courant pour une géométrie simple. Modifications dans l'espace conforme (Soniak, 1989).

Concrètement, on effectue la calibration pour chaque essai. On tient compte de la position réelle des prises de potentiel. A chaque arrêt de l'essai, la longueur de fissure est mesurée, ce qui permet d'obtenir de nombreux points pour calibrer précisément la méthode. On obtient ainsi un accord excellent entre la longueur de fissure mesurée et celle prévue par l'équation de calibration (présentée en annexe B), comme on peut le voir sur la figure 1.11.

### 1.2.2.6 Technique du vide

Plusieurs essais de fissuration ont été menés sous vide, afin de s'affranchir des effets de l'oxydation. Une chambre à vide pourvue d'un four à trois lampes a été installée sur la machine à vis INSTRON (figure 1.12). Le niveau de vide atteint est de l'ordre de  $2.10^{-5}$  mbar (soit  $2.10^{-3}$  Pa, ou  $1,5.10^{-5}$  Torr) à  $950^{\circ}\text{C}$ , ce qui correspond à un vide poussé (figure 1.13). A priori, ce niveau de vide est suffisant pour avoir une pression partielle d'oxygène très faible et éliminer les effets de l'oxydation sur la propagation de fissure (cf. chapitre 3). La station de pompage EDWARDS est composée d'une pompe à palette pour passer de la pression atmosphérique au vide secondaire et d'une pompe turbomoléculaire qui assure le relais jusqu'au niveau de vide désiré. La réalisation d'essais sur des monocristaux à  $950^{\circ}\text{C}$  avec ce niveau de vide s'est avérée assez délicate. Elle a notamment causé certains problèmes expérimentaux

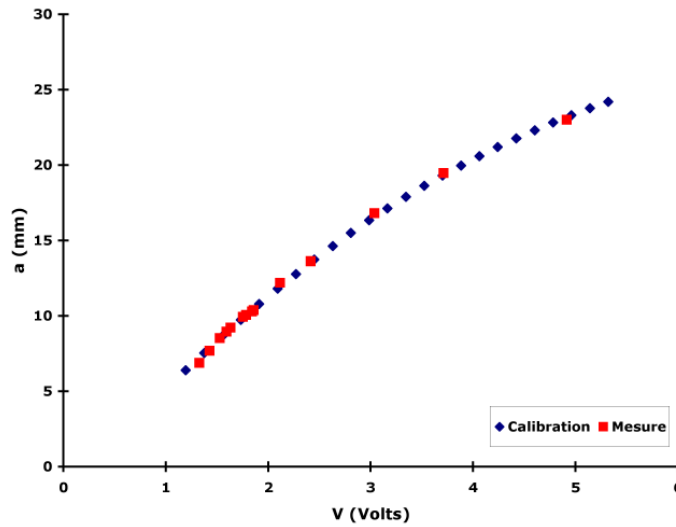


Figure 1.11: Comparaison entre la calibration et les mesures pour la fissure de l'éprouvette 104H2A (en PWA1483, cf. chapitre 3).

qui ont retardé la progression de la campagne d'essais. On veille particulièrement à ce que la pression ne soit jamais supérieure à  $10^{-4}$  mbar durant la montée en température, afin d'éviter toute oxydation de l'éprouvette. Le suivi de longueur de fissure est toujours assuré avec la méthode électrique, mais le nombre de points pour la calibration est réduit (2 ou 3). En effet, les délais très longs à chaque arrêt de l'essai (pompage et montée lente en température) empêchent de réaliser de nombreuses mesures de calibration.

### 1.3 Conclusions du chapitre 1

Dans ce chapitre, nous avons présenté les deux alliages AM1 et PWA1483. Il s'agit de superalliages monocristallins de première génération (début des années 1980), obtenus par solidification dirigée. Leur structure cristalline est cubique face centrées, ce qui leur confère une anisotropie matérielle cubique.

Nous avons aussi exposé la géométrie des éprouvettes LCF et CT utilisées respectivement pour les essais de comportement mécanique et de propagation de fissure en fatigue et fatigue-fluage, à haute température (950°C). Les méthodes de fissuration et de mesure de longueur de fissure ont été précisées.

Nous allons maintenant expliciter le comportement mécanique à haute température des superalliages monocristallins à base de nickel, et la modélisation de ce comportement.

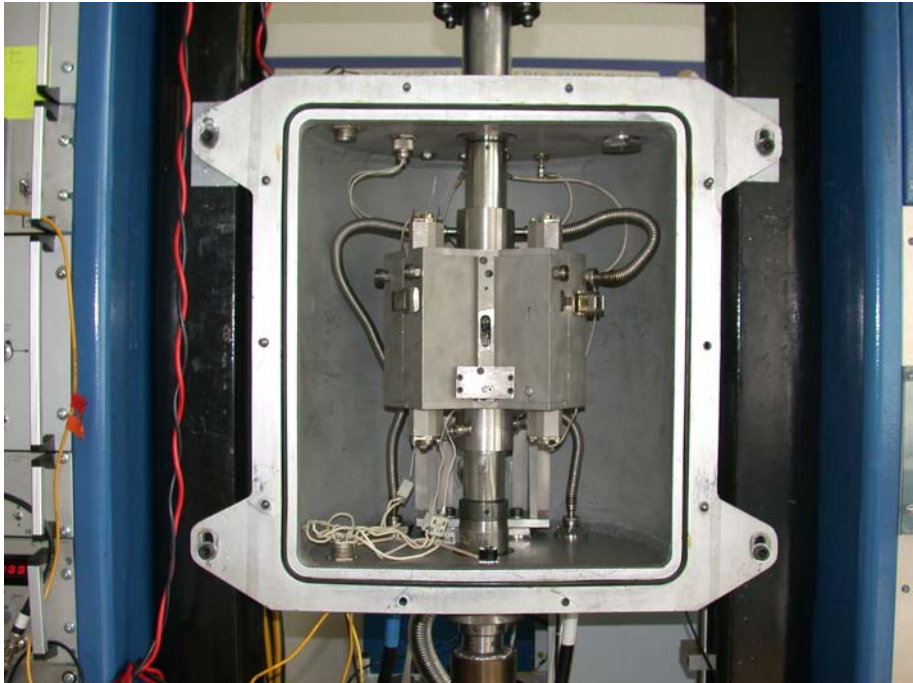


Figure 1.12: Aperçu de la chambre à vide et de son four montés sur l'INSTRON à vis.

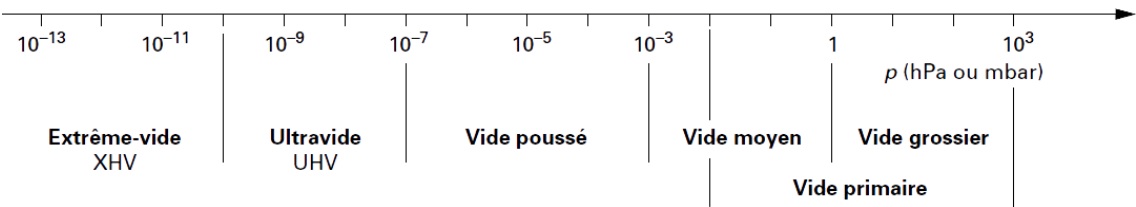


Figure 1.13: Graphique indiquant les domaines de vide.

## Chapitre 2

# Comportement mécanique des superalliages monocristallins à base de nickel

### Sommaire

|            |   |           |
|------------|---|-----------|
| <b>2.1</b> | <b>Déformation des superalliages monocristallins . . . . .</b>              | <b>28</b> |
| 2.1.1      | Mécanismes de déformation des monocristaux CFC monophasés . . . . .         | 28        |
| 2.1.2      | Mécanismes de déformation des monocristaux CFC biphasés . . . . .           | 31        |
| 2.1.3      | Modélisation du comportement . . . . .                                      | 40        |
| <b>2.2</b> | <b>Présentation du modèle cristallographique phénoménologique . . . . .</b> | <b>40</b> |
| 2.2.1      | Hypothèses et limitations . . . . .   | 41        |
| 2.2.2      | Formulation du modèle . . . . .   | 41        |
| 2.2.3      | Identification du modèle pour l'AM1 . . . . .                               | 43        |
| <b>2.3</b> | <b>Identification du modèle pour le PWA1483 à 950°C . . . . .</b>           | <b>46</b> |
| 2.3.1      | Essais mécaniques effectués . . . . .                                       | 46        |
| 2.3.2      | Procédure d'optimisation . . . . .  | 46        |
| 2.3.3      | Résultats . . . . .   | 49        |
| 2.3.4      | Comparaison avec d'autres modèles . . . . .                                 | 58        |
| <b>2.4</b> | <b>Conclusions du chapitre 2 . . . . .</b>                                  | <b>69</b> |

Ce chapitre a pour but de décrire le comportement mécanique à haute température des superalliages monocristallins à base de nickel, et les lois de comportement associées, en aboutissant à l'identification des paramètres d'un modèle pour le PWA1483 à 950°C. Cette étape est nécessaire afin de calculer les contraintes dans une pièce de géométrie complexe comme l'aube, sur laquelle s'exercent des efforts importants à haute température. Tout d'abord, une revue bibliographique explicite les mécanismes de déformation de ces matériaux, ainsi que les modèles élaborés depuis le milieu des années 1980 pour décrire le comportement élasto-viscoplastique des monocristaux de superalliages. Ensuite, on explique le modèle cristallographique adopté pour décrire le comportement de l'AM1 et du PWA1483. Enfin, on présente l'identification des paramètres de ce modèle pour le PWA1483 à 950°C ; l'identification pour l'AM1 a été effectuée par Hanriot en 1993 (Hanriot, 1993).

## 2.1 Déformation des superalliages monocristallins

### 2.1.1 Mécanismes de déformation des monocristaux CFC monophasés

Depuis 20 ans, de nombreux travaux ont été consacrés à l'étude expérimentale du comportement des monocristaux de superalliage à base de nickel, en fluage ou sous sollicitations cycliques dans la plupart des cas. Mais l'étude des monocristaux CFC ductiles a commencé bien auparavant, sur le cuivre et le nickel notamment. Nous rappelons ici les mécanismes principaux de la déformation plastique dans ces matériaux car leur connaissance est nécessaire à la compréhension du comportement mécanique des monocristaux de superalliages à base de nickel.

#### 2.1.1.1 Comportement sous sollicitations cycliques

Les mécanismes fondamentaux de la déformation plastique des monocristaux ductiles CFC ont été étudiés par de nombreux chercheurs sur des monocristaux de cuivre ou de zinc (Basinski *et al.*, 1983; Basinski et Basinski, 1985a; Basinski et Basinski, 1985b; Cheng et Laird, 1981; Finney et Laird, 1975; Ma et Laird, 1989a; Ma et Laird, 1989b). En effet, la pureté de ces matériaux et leur ductilité facilitent les observations. A température ambiante, les monocristaux ductiles CFC se déforment plastiquement par glissement des dislocations sur des "systèmes de glissement", comme l'indique la loi de Schmid (Schmid, 1924). Mughrabi (Mughrabi, 1978) s'est intéressé au comportement de monocristaux de cuivre (orientés pour le glissement simple) sollicités en contrôle de glissement plastique ( $\gamma_{pl}$ ). On cycle l'éprouvette à des niveaux de déformation plastique croissants, en attendant la saturation (ou stabilisation) de la réponse cisaillement-glissement à chaque niveau (figure 2.1). Le lieu des cisaillements à saturation  $\tau_s$  représente ce qu'on appelle la courbe d'écrouissage cyclique, représentée sur la figure 2.2. Trois stades peuvent être distingués :

- Le domaine *A* est caractérisé par un fort écrouissage. De fines lignes sont visibles à la surface libre de l'éprouvette. C'est le stade de microplasticité, évoqué par Chieragatti (Chieragatti, 1987). Dans ce domaine, la plasticité n'est pas endommageante et l'éprouvette peut subir un nombre illimité de cycles ;
- Le domaine *B* correspond à un plateau du cisaillement à saturation. Des bandes de glissement apparaissent à la surface de l'éprouvette, et grossissent jusqu'à recouvrir tout le fût à la fin du stade *B* ;
- Le domaine *C* est caractérisé par l'activation d'un deuxième système de glissement. Il bloque le premier et  $\tau_s$  recommence à augmenter.

La courbe obtenue diffère beaucoup de ce que l'on obtient avec un polycristal, notamment par la présence du plateau *B*. Les bandes qui apparaissent dans la zone *B* (le plateau) sont ce que Thompson (Thompson *et al.*, 1956) a appelé des "Bandes de Glissement Persistantes" (BGP ou PSB, "Persistent Slip Band" en anglais). Il a observé ce type de bandes sur du cuivre et du nickel monocristallins, orientés pour obtenir du glissement simple. Elles portent ce nom car elles réapparaissent de façon persistante aux mêmes endroits sur une éprouvette chargée en fatigue, malgré l'effacement préalable des lignes par polissage. Les BGP sont caractérisées par un arrangement particulier des dislocations, complexe et très différent de celui du reste du matériau. Une synthèse de la structure des dislocations associée aux BGP est disponible dans (Suresh, 1998). Les BGP sont essentielles pour le comportement des monocristaux, car elles sont caractéristiques du phénomène de localisation de la déformation que l'on rencontre à basse température dans ces matériaux. En effet, le plateau visible sur la figure 2.2 est dû au fait que les BGP accommodent la majeure partie de la déformation plastique : leur fraction



volumique augmente linéairement entre le début et la fin du plateau  $B$ . La déformation plastique est 30 fois plus élevée dans les BGP que dans la matrice, selon (Basinski *et al.*, 1983). Elles sont en effet beaucoup moins dures que la matrice (mesures de microdureté de Helgeland (Helgeland, 1965)).

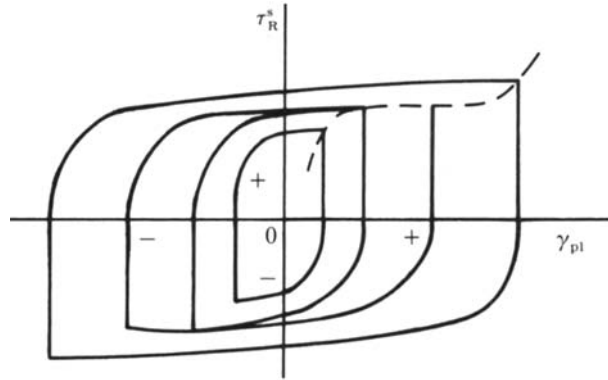


Figure 2.1: Boucles cisaillement-glissement plastique stabilisées dans un monocristal de cuivre (Mughrabi, 1978).

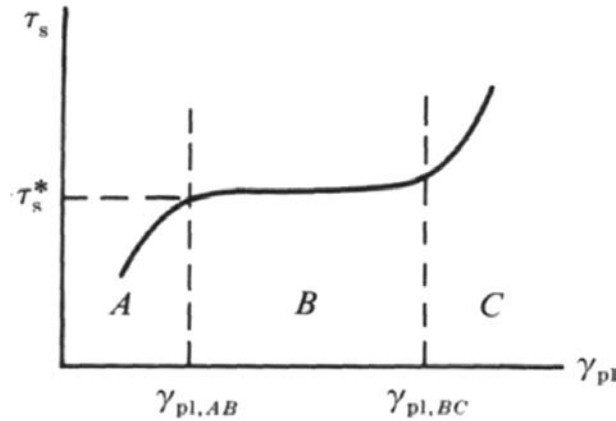


Figure 2.2: Courbe d'écrouissage cyclique d'un monocristal de cuivre (Mughrabi, 1978).

### 2.1.1.2 Bandes de glissement persistantes et endommagement

Les BGP ne sont pas seulement importantes pour le comportement mécanique : elles jouent aussi un rôle important pour l'endommagement de fatigue. En effet, les BGP naissent au coeur de l'éprouvette, et "sortent" à la surface libre. De nombreux auteurs ont rapporté l'apparition de fissures de fatigue au niveau des BGP, que ce soit au niveau des extrusions/intrusions (ou protrusions) qu'elles engendrent (Cheng et Laird, 1981) (figure 2.3), ou à l'interface entre les BGP et la matrice (Ma et Laird, 1989a; Ma et Laird, 1989b; Suresh, 1998) (figure 2.4). La croissance des protrusions est liée à un phénomène fondamental : l'irréversibilité du glissement. D'ailleurs, au stade  $A$  de l'écrouissage cyclique (figure 2.2), le glissement est partiellement réversible, et il n'y a pas de bandes de glissement persistantes. L'(ir-)réversibilité a été étudiée dans le cuivre notamment par (Finney et Laird, 1975; Mughrabi *et al.*, 1983). Notons cependant que cette notion dépend de l'auteur : Finney (Finney et Laird, 1975)

entend par irréversibilité l'incrément de hauteur des marches causées par les BGP, mesuré par interférométrie, alors que Mughrabi (Mughrabi *et al.*, 1983) considère l'irréversibilité associée à une bande de glissement persistante individuelle.

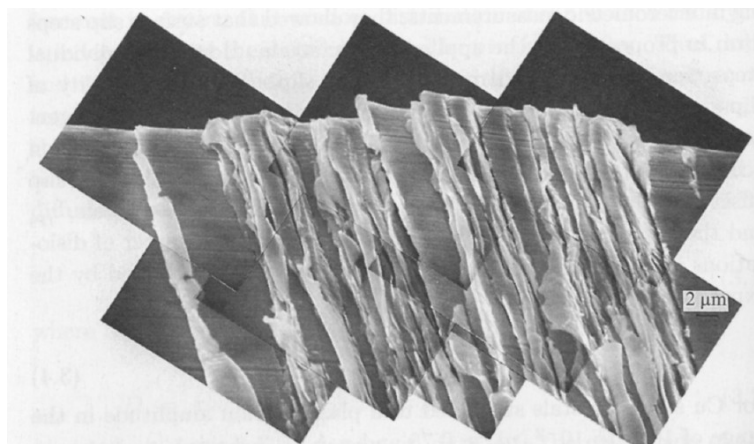


Figure 2.3: Extrusions/intrusions dues aux BGP dans un monocristal de cuivre (Suresh, 1998).

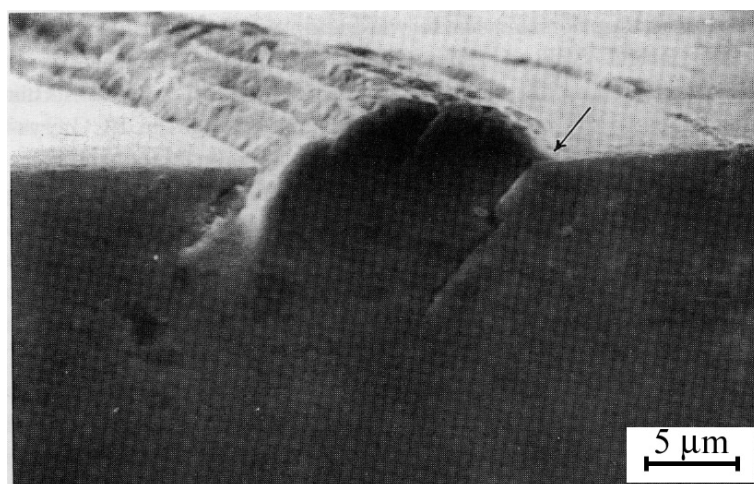


Figure 2.4: Apparition d'une fissure à l'interface entre la matrice et une BGP (flèche) dans un monocristal de cuivre fatigué 60000 cycles à 20°C (d'après (Ma et Laird, 1989b)).

Il est cependant nécessaire de préciser que les BGP ne sont bien évidemment pas l'unique site d'amorçage des fissures. Les défauts des alliages de fonderie (pores, inclusions...) et les différents précipités peuvent être autant de sites d'initiation de fissure.

### 2.1.2 Mécanismes de déformation des monocristaux CFC biphasés

La microstructure biphasée des monocristaux de superalliages à base de nickel engendre certaines différences de comportement notables par rapport aux matériaux comme le cuivre ou le nickel. D'une manière générale, on peut dire que la déformation des monocristaux biphasés de superalliages est fortement dépendante des contraintes de cohérence à l'interface matrice-précipité. La matrice est plus ductile que les précipités : les dislocations glissent sur des plans  $\{111\}$  et sont entravées par les précipités dont les frontières suivent les plans  $\{100\}$ . Elles sont bloquées et doivent contourner les précipités, ou bien les cisailer si la contrainte

et/ou la température sont suffisantes, comme on peut le voir sur la figure 2.5 (Shah et Duhl, 1984; Poubanne, 1989; Hanriot, 1993). Le glissement cubique semble être quant à lui du glissement octaédrique dévié dans les couloirs de matrice (cf. paragraphe sur le glissement cubique 2.1.2.3).

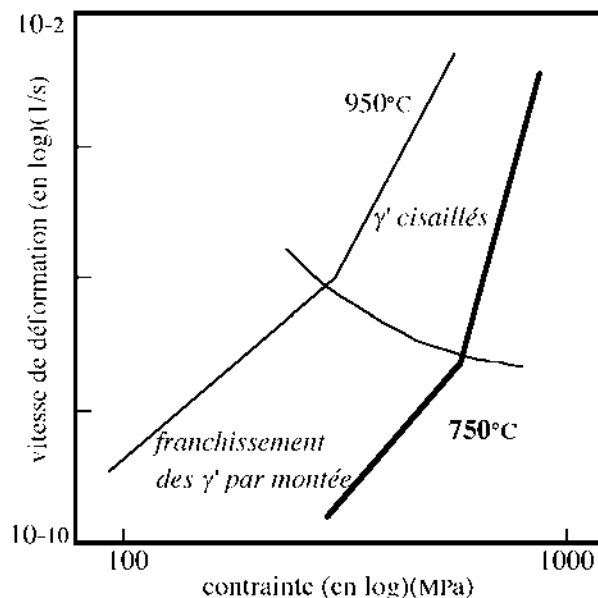


Figure 2.5: Influence des conditions d'essai sur le comportement d'un superalliage à base de nickel contenant 40% de précipités  $\gamma'$  sphériques, d'après (Mukherji *et al.*, 1990).

### 2.1.2.1 Comportement à basse température

Le comportement à basse température des superalliages monocristallins à base de nickel a été étudié par plusieurs auteurs. Chieragatti (Chieragatti, 1987; Chieragatti et Rémy, 1991) a montré sur le Mar-M200 à 650°C, que la courbe d'écrouissage cyclique est proche de celle obtenue par Mughrabi sur le cuivre (Mughrabi, 1978), aussi bien pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$  que pour les autres orientations. Dans le domaine des déformations plastiques inférieures à environ  $2 \cdot 10^{-5}$  (domaine A de la courbe 2.2), l'effet de l'orientation cristallographique est peu sensible, alors qu'il influe beaucoup sur la valeur de la cission critique dans le domaine B. C'est le domaine de la microplasticité, dans lequel le mouvement des dislocations se fait de façon réversible, et à plutôt courte distance. De plus, Chieragatti constate l'absence de contrainte moyenne dans le domaine A, alors qu'une contrainte moyenne apparaît aux niveaux de déformation supérieurs.

De son côté, Hanriot (Hanriot, 1993) s'est penchée sur le comportement de l'AM1 et a mis en évidence le fait que les lignes de glissement qui apparaissent à 650°C sur le fût d'une éprouvette d'AM1 orientée selon  $\langle 110 \rangle$  ne correspondent pas à des BGP. En effet, la même procédure que celle conduite par Thompson (Thompson *et al.*, 1956) montre que les bandes qui apparaissent à la compression ne sont pas les mêmes que celles obtenues à la traction précédente (position et nombre différents).

A température ambiante, Hanriot a mis en évidence sur une éprouvette orientée  $\langle 001 \rangle$  un mécanisme de déformation non observé sur le cuivre monocristallin, qui se déroule en trois étapes :

1. Durant les 5 premiers cycles, des macrobandes apparaissent sur le fût de l'éprouvette, et se multiplient jusqu'à le recouvrir (figure 2.6). On a un plateau : la contrainte n'évolue

pas avec le glissement cumulé. Il n'y a pas de phase de microplasticité (stade *A* de la figure 2.2), et le plateau que l'on observe est comparable à celui observé par Mughrabi sur le cuivre (stade *B* de la figure 2.2).

2. Les macrobandes se remplissent alors de bandes plus fines, qui remplissent totalement les espaces inter-macrobandes. Dans ce stade (cycles 6 à 9), la contrainte augmente en fonction du glissement plastique cumulé.
3. Enfin, un nouveau plateau de contrainte apparaît lorsque le fût est entièrement recouvert de bandes.

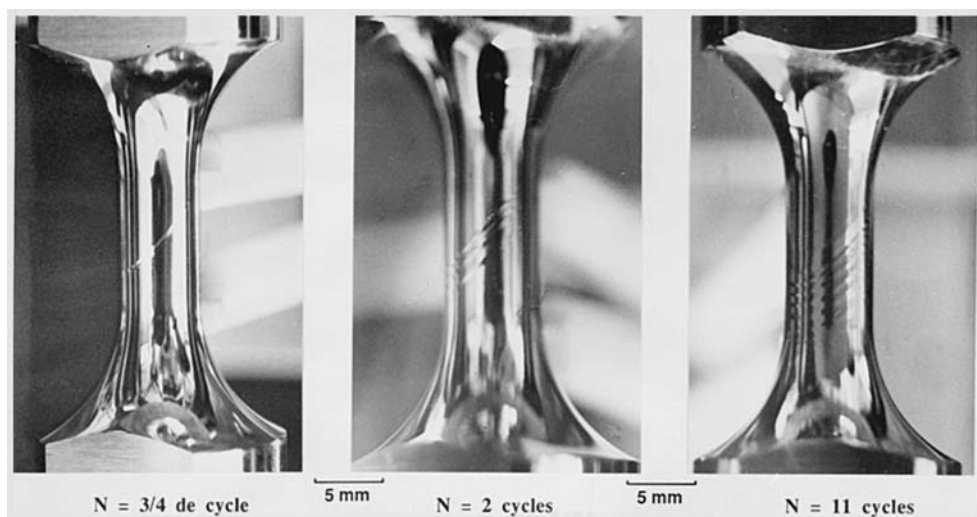


Figure 2.6: Mécanisme de formation des bandes de glissement à température ambiante dans l'AM1 (Hanriot, 1993).

D'un point de vue phénoménologique, le comportement mécanique de l'AM1 à 650°C est très proche de celui observé à 20°C. D'une manière générale, le comportement mécanique est anisotrope et peu sensible à la vitesse. A 650°C, la contrainte moyenne est positive (90 MPa) pour  $\langle 001 \rangle$ , et négative pour les autres orientations (-70 à -110 MPa). Le même phénomène a été observé sur le Mar-M200 à 650°C par Chieragatti dans sa thèse (Chieragatti, 1987). Un stade d'écoulement facile est souvent observé et l'écrouissage est plutôt isotrope lorsque les systèmes octaédriques sont activés (boucles  $\langle 001 \rangle$  "carrées"), et plutôt cinématique lorsque ce sont les systèmes cubiques (boucles  $\langle 111 \rangle$  plus "rondes"). La courbe d'écrouissage cyclique ne présente pas le stade *A* observé par Mughrabi (Mughrabi, 1978) car une macrobande apparaît immédiatement. Sur la courbe d'écrouissage cyclique, l'amplitude de contrainte est plus grande pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$  que pour  $\langle 111 \rangle$ , avec une stabilisation plus rapide pour  $\langle 001 \rangle$ . Lorsque l'on analyse les modes de déformation, on constate que l'anisotropie de la réponse mécanique est liée au type de système activé : à 20°C et 650°C, les éprouvettes orientées  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 123 \rangle$  se déforment par glissement des systèmes octaédriques, alors que celles orientées  $\langle 111 \rangle$  se déforment par glissement cubique. L'orientation  $\langle 110 \rangle$  présente les deux types de glissement. Enfin, la déformation est très hétérogène pour  $\langle 001 \rangle$ , et moins pour les éprouvettes orientées  $\langle 111 \rangle$ .

### 2.1.2.2 Comportement à haute température

Le comportement à haute température de l'AM1 a aussi été étudié par Hanriot, à 950°C et 1100°C. La réponse mécanique à ces deux températures est très proche, si bien que l'on peut

regrouper les résultats à ces deux températures. Le comportement est toujours anisotrope, mais la sensibilité à la vitesse est très importante par rapport aux basses températures. L'orientation  $\langle 111 \rangle$  est plus sensible à la vitesse que l'orientation  $\langle 001 \rangle$ . Les boucles contrainte-déformation ne présentent plus de stade d'écoulement facile, mais une forte consolidation. C'est particulièrement net pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$ , pour laquelle les boucles ne sont plus carrées, ce qui se modélise par un écrouissage cinématique non linéaire (figure 2.7). La limite d'élasticité est très faible comparée à celle des basses températures (mesures de limite d'élasticité de Hanriot sur l'AM1 orienté  $\langle 001 \rangle$  :  $\simeq 490$  MPa à  $950^\circ\text{C}$  contre  $\simeq 1000$  MPa à  $650^\circ\text{C}$ ). La dissymétrie traction-compression observée à basse température n'existe plus (sauf pour  $\langle 111 \rangle$  avec une limite d'écoulement supérieure d'environ 30 MPa en traction). Ceci avait déjà été constaté pour la limite d'élasticité à 0,2% par Shah et Duhl sur le PWA1480 (Shah et Duhl, 1984), au-delà de  $900^\circ\text{C}$ . Enfin, la présence d'un temps de maintien en traction ne modifie pas la courbe d'écrouissage cyclique. En ce qui concerne les modes de déformation, certains auteurs (Miner *et al.*, 1986; Poubanne, 1989) évoquent l'homogénéité de la déformation à  $950^\circ\text{C}$ . Ceci est dû à l'absence de lignes de glissement visibles, masquées par l'oxydation. Mais des essais sous vide (Hanriot, 1993) ont révélé des bandes de glissement bien nettes. Il apparaît alors que les orientations  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  peuvent se déformer de façon homogène ou hétérogène. On constate que les basses vitesses de déformation associées aux fortes contraintes sont un des facteurs responsables de l'hétérogénéité de la déformation. Les orientations  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 123 \rangle$  se déforment quant à elles de façon homogène : un seul système de glissement est activé. L'étude de traces de glissement et de l'ovalisation du fût de l'éprouvette permet de montrer que l'activation des systèmes de glissement est identique à celle observée à basse température :  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 123 \rangle$  se déforment par glissement des systèmes octaédriques, alors que les éprouvettes orientées  $\langle 111 \rangle$  se déforment par glissement cubique. Enfin, une coalescence des précipités  $\gamma'$  a été observée à  $1100^\circ\text{C}$ , mais pas à  $950^\circ\text{C}$ .

### 2.1.2.3 Glissement cubique

Les monocristaux CFC ductiles tels que le cuivre par exemple ne se déforment jamais par glissement sur les systèmes cubiques. Comme cette famille de systèmes de glissement a été évoquée dans la section précédente, il est nécessaire de faire le point sur l'existence du glissement sur les systèmes cubiques.

Le glissement cubique est possible dans les structures CFC de type  $L1_2$ . Il a été observé à haute température dès 1967 dans des monocristaux intermétalliques de  $Ni_3Al$  stoechiométrique (Copley et Kear, 1967). Les intermétalliques  $L1_2$  présentent une particularité dans leurs propriétés mécaniques : leur limite d'élasticité augmente avec la température. Pour  $Ni_3Al$ , la limite d'élasticité augmente jusqu'à une certaine valeur, comprise entre 600 et 1000K selon l'orientation cristallographique, puis diminue, formant un pic (Staton-Bevan, 1983). L'analyse des lignes de glissement a montré que la déformation s'effectue par glissement des dislocations sur des plans  $\{111\}$  sous la température du pic, et par glissement des dislocations sur des plans  $\{001\}$  au-dessus de la température du pic. En effectuant des observations en microscopie électronique à transmission, Korner (Korner, 1989) a précisé que la déformation de  $Ni_3Al$  à haute température (1073K) s'effectue par mouvement et multiplication des dislocations sur le système cubique  $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ .

Au niveau des superalliages monocristallins à base de nickel, Clément (Clément *et al.*, 1991a; Clément *et al.*, 1991b) a montré, grâce à des expériences sur des monocristaux orientés  $\langle 111 \rangle$ , que le glissement cubique est possible aux basses températures dans la phase  $\gamma'$  du CMSX-2 (figure 2.8). On voit bien que le glissement cubique est un phénomène thermiquement activé.

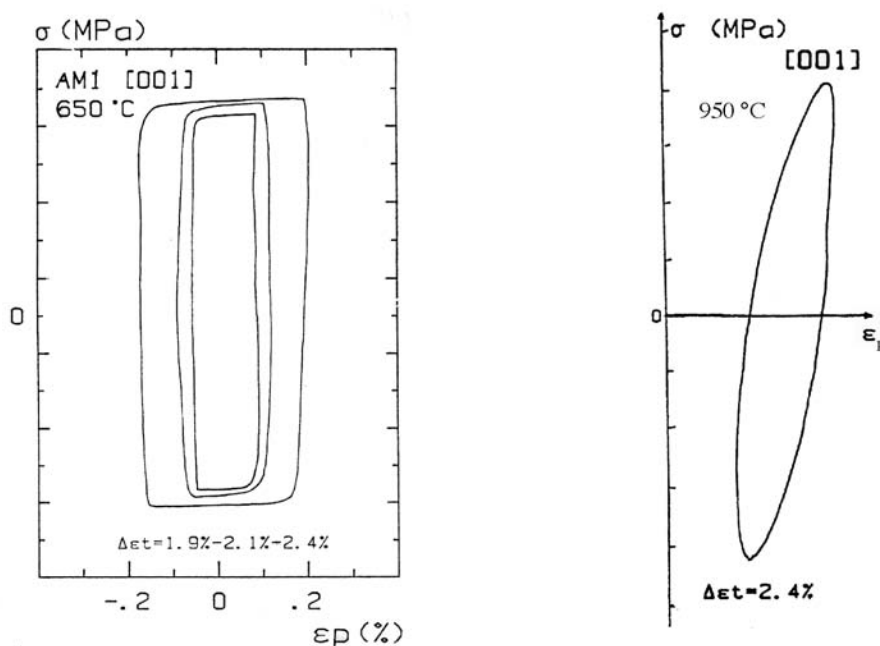


Figure 2.7: Comparaison de la forme des boucles de comportement de l'AM1  $\langle 001 \rangle$  à 650°C (gauche) et 950°C (droite) (Hanriot, 1993).

Par ailleurs, (Pope et Ezz, 1984) ont montré que l'addition des éléments  $Mo$ ,  $Nb$ ,  $Ta$ ,  $Ti$  et  $W$  facilite l'activation du glissement cubique. Or l'AM1 et le PWA1483 contiennent tous ces éléments, à l'exception du niobium (cf. tableau 1.1, chapitre 1), ce qui permet d'envisager la présence de glissement cubique dans ces alliages. D'ailleurs, Hanriot a pu observer des traces de glissement cubique macroscopique sur du Mar-M200 orienté  $\langle 111 \rangle$  à 650°C, ainsi que sur l'AM1. Des observations de glissement cubique macroscopique ont aussi été faites par Shah et Bettge (Shah et Cetel, 1996; Bettge et Österle, 1999) sur ce type d'alliages. Mais Bettge (Bettge et Österle, 1999) n'a observé aucune trace de dislocations glissant sur des plans cubiques dans la matrice  $\gamma$  de l'alliage SC16. Il s'agit en fait de glissement dévié "en zig-zag" de dislocations vis sur des plans octaédriques. Par exemple, le glissement cubique macroscopique sur le système  $(001)[011]$  est en réalité du glissement "en zig-zag" de dislocations vis sur les systèmes octaédriques  $(1\bar{1}1)[011]$  et  $(11\bar{1})[011]$ .

#### 2.1.2.4 Fluage des superalliages monocristallins à base de nickel

Le fluage de ces matériaux est d'une grande importance, particulièrement pour les applications sur turbines industrielles et moteurs civils. Le passage de la microstructure équiaxe à la microstructure colonnaire, puis monocristalline, a permis des gains substantiels en résistance au fluage (figure 1.1, page 14). Dans tous les cas, les mécanismes de fluage sont complexes, comme l'ont montré de nombreux auteurs (Sims *et al.*, 1987; Pan *et al.*, 1995; Nabarro, 1996; Reed *et al.*, 1999; Matan *et al.*, 1999a; Matan *et al.*, 1999b). Plusieurs facteurs entrent en compte dans le comportement au fluage des monocristaux de superalliages à base de nickel. On peut citer comme paramètres importants :

- La température ;
- La contrainte appliquée ;

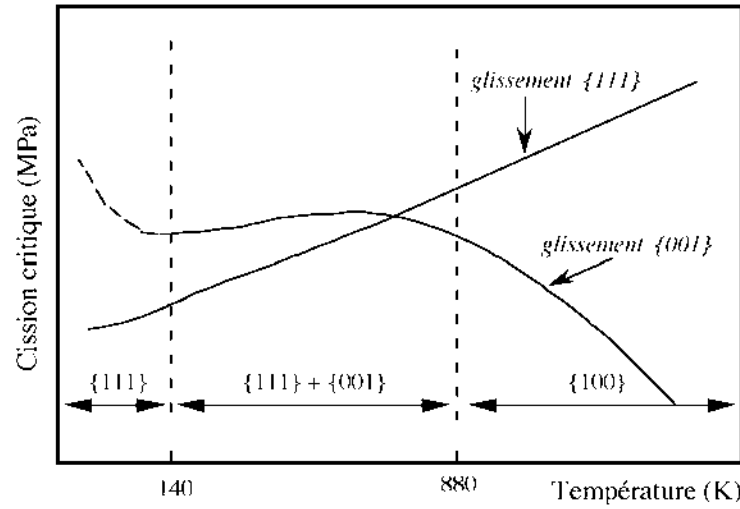


Figure 2.8: Variation de la cission critique des systèmes octaédrique et cubique en fonction de la température dans la phase  $\gamma'$  du CMSX-2, d'après (Clément *et al.*, 1991b).

- L'orientation cristallographique ;
- La composition chimique de l'alliage ;
- La microstructure : fraction volumique de phase  $\gamma'$ , taille des précipités, morphologie de la microstructure, écart paramétrique  $\delta^s$ .

De plus, des interactions entre ces paramètres existent. Par exemple, comme le montre (Matan *et al.*, 1999a), l'orientation cristallographique joue un rôle important sur le fluage du CMSX-4  $\langle 001 \rangle$  à 750°C, mais pas à 950°C.

D'une façon générale, on peut distinguer trois zones de température dans lesquelles le fluage diffère : les "basses" températures, autour de 750°C, dans lesquelles le fluage primaire est important, les températures comprises entre 850°C et 1000°C, pour lesquelles on ne constate pas de régime stationnaire, et les températures supérieures à 1000°C, pour lesquelles le comportement est complexe à cause des changements de morphologie de la microstructure (mise en radeau) (Reed *et al.*, 1999; Tetzlaff et Mughrabi, 2000; Matan *et al.*, 1999b).

Le fluage à des températures proches de 750°C est caractérisé par une diminution de la vitesse de déformation avec l'augmentation de la déformation, ce qui est caractéristique du régime de fluage primaire. Ce durcissement est dû à la rotation de réseau qui permet l'activation d'autres systèmes de glissement. Matan (Matan *et al.*, 1999a) a observé sur du CMSX-4 proche de  $\langle 001 \rangle$  à 750°C que la déformation s'effectue par glissement des dislocations sur des systèmes  $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ .

Pour la gamme de températures 850°C-1000°C, on observe sur tous les superalliages monocristallins à base de nickel orientés  $\langle 001 \rangle$  une absence de régime stationnaire ; la vitesse de déformation inélastique augmente avec la déformation inélastique, comme le montre Reed (Reed *et al.*, 1999; Kissinger *et al.*, 1996) et le modélise Pan (Pan *et al.*, 1995). Il existe une relation de proportionnalité entre la vitesse de déformation inélastique et la déformation inélastique, comme on peut le voir sur la partie droite de la figure 2.9 (dans l'insert). Les mécanismes de déformation sont complexes : sur le CMSX-4  $\langle 001 \rangle$  à 950°C, Matan (Matan *et al.*, 1999a) a constaté que le mouvement des dislocations s'effectue sur des systèmes  $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ . Par contre, Carry et Strudel (Carry et Strudel, 1975) ont observé du glissement sur des systèmes  $\{110\}\langle 110 \rangle$  dans un superalliage monocristal à base de nickel, alors que Caron et Khan (Caron et Kahn, 1986) ont mis en évidence l'activité de systèmes  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Ceci montre qu'en fluage les modes de déformation ne mettent pas forcément

en jeu les systèmes octaédriques  $\{111\}\langle 110 \rangle$  ou cubiques  $\{100\}\langle 110 \rangle$ .

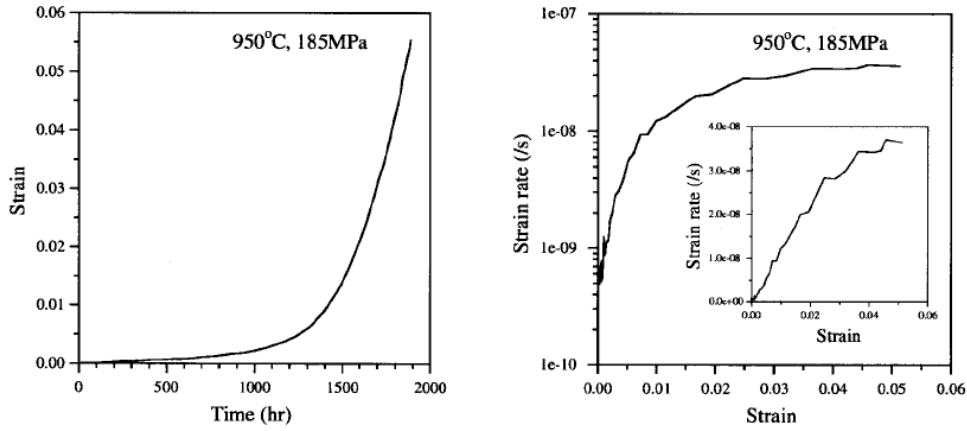


Figure 2.9: Courbe de fluage du CMSX-4  $\langle 001 \rangle$  à 950°C sous 185 MPa (Reed *et al.*, 1999). Sur la partie droite : vitesse de fluage en fonction de la déformation inélastique.

A plus haute température, le phénomène de mise en radeau des précipités  $\gamma'$  complique les choses. Il peut avoir un effet bénéfique, comme on peut le voir sur la courbe 2.10. La microstructure présente une inversion  $\gamma-\gamma'$  dès dix heures de fluage, la déformation inélastique étant de 0.39 %. On observe un très net durcissement de l'alliage dû à la mise en radeau, qui se caractérise par une diminution de la vitesse de fluage (partie droite de la figure 2.10). Lorsqu'une déformation seuil  $\epsilon^*$  est atteinte ( $\epsilon^* \simeq 0,9\%$  ici), la vitesse de fluage augmente à nouveau fortement, et la rupture finale a lieu très rapidement. Le durcissement s'explique selon Reed (Reed *et al.*, 1999) par la réduction des canaux de matrice  $\gamma$ , ce qui perturbe le mécanisme de glissement/montée des dislocations et occasionne la création d'un réseau stable de dislocations. Ce type d'effet bénéfique a aussi été rapporté par (Tetzlaff et Mughrabi, 2000), après une mise en radeau judicieuse en compression.

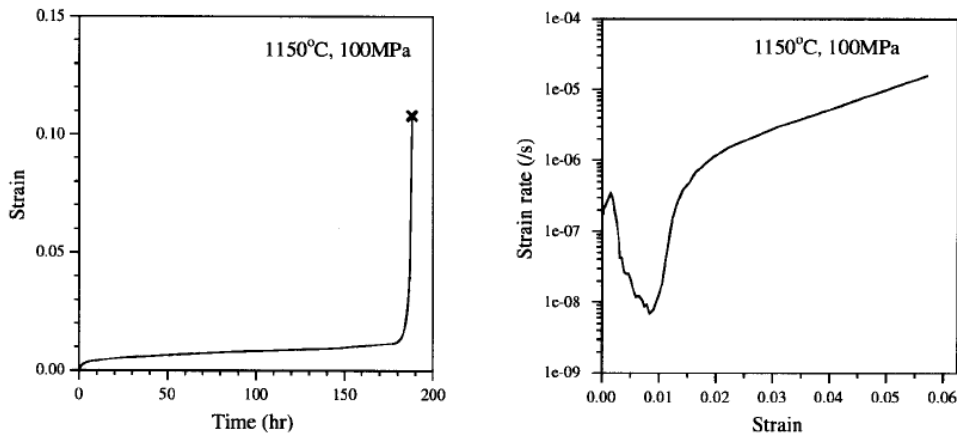


Figure 2.10: Courbe de fluage du CMSX-4  $\langle 001 \rangle$  à 1150°C sous 100 MPa (Reed *et al.*, 1999). La microstructure présente une mise en radeau très nette, dès 10 h.

### 2.1.2.5 Evolution microstructurale

Lorsque les températures deviennent supérieures à 1000°C, la microstructure des superalliages monocristallins à base de nickel change : les précipités de phase  $\gamma'$  coalescent pour former ce



que l'on appelle des plaquettes. Ce phénomène est connu sous le nom de "mise en radeau" (rafting en anglais). Il a été étudié par de nombreux auteurs, parmi lesquels (Hazotte et Lacaze, 1989; Nazmy *et al.*, 2002; Nazmy *et al.*, 2003; Walston *et al.*, 1996; Reed *et al.*, 1999; Nabarro, 1996; Tetzlaff et Mughrabi, 2000). Pour l'AM1, Fleury et Hanriot (Fleury, 1991; Hanriot, 1993) n'ont pas observé ce phénomène à 950°C, mais seulement à 1100°C. Il s'agit d'un phénomène complexe, qui semble piloté par deux facteurs principaux : les processus de diffusion et la déformation inélastique. Comme l'ont montré Hazotte et Lacaze sur l'AM1 (Hazotte et Lacaze, 1989), la diffusion seule peut induire une mise en radeau, en l'absence d'application d'une charge. Une étude thermodynamique récente de Nabarro (Nabarro, 1996) explique que les termes prépondérants pour la mise en radeau en l'absence de déformation plastique sont l'écart paramétrique  $\delta^s$ , la différence de module d'élasticité entre les deux phases, et la contrainte appliquée. La nature des sollicitations ainsi que la direction des efforts par rapport au cristal changent la cinétique de mise en radeau et la morphologie des plaquettes. Ainsi, Hanriot a montré qu'un chargement de fatigue symétrique sur un cristal  $\langle 001 \rangle$  induit une coalescence homogène de la phase  $\gamma'$  suivant les trois directions cristallographiques, alors qu'un maintien en traction provoque la formation de plaquettes perpendiculairement à l'axe de sollicitation (figure 2.11). Pour un monocristal d'AM1 orienté  $\langle 111 \rangle$ , la coalescence est homogène à la fois dans le cas d'un chargement symétrique et d'un chargement avec maintien en traction (figure 2.12).

Les effets de la mise en radeau peuvent être divers : diminution de la limite d'élasticité (étude de Shah (Shah et Duhl, 1984) sur le PWA1480), augmentation de la fragilité du matériau en présence d'humidité à la température ambiante (Nazmy *et al.*, 2002; Nazmy *et al.*, 2003), diminution de la résistance à la propagation de fissure en fatigue (Tetzlaff et Mughrabi, 2000), mais amélioration des propriétés en fluage (Walston *et al.*, 1996; Reed *et al.*, 1999; Tetzlaff et Mughrabi, 2000) (voir aussi la section 2.1.2.4). C'est pourquoi ce phénomène doit être considéré avec attention lorsqu'on s'intéresse au comportement au-dessus de 1000°C.

#### 2.1.2.6 Interaction entre les systèmes de glissement

Dans un monocristal, les dislocations qui glissent sur un système donné créent un champ de contrainte qui occasionne un "auto-écrouissage". De plus, elles constituent un obstacle au glissement des dislocations sur d'autres systèmes : ces interactions entre systèmes de glissement ont d'abord été étudiées sur des monocristaux monophasés (de cuivre ou d'aluminium, par exemple) (Franciosi, 1978; Franciosi *et al.*, 1980). Cette interaction entre systèmes de glissement est nommée "écrouissage latent". Elle se modélise par une matrice d'interaction  $H_{rs}$ . On définit une matrice pour les systèmes octaédriques, et une autre pour les systèmes cubiques. La matrice d'interaction est introduite dans l'écrouissage isotrope (équation 2.8), pour le modèle que nous avons choisi (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991). En effet, l'interaction entre les dislocations n'est pas sensible aux changements de sens de chargement, elle a donc un caractère isotrope. Les termes diagonaux de la matrice caractérisent l'auto-écrouissage, alors que les termes hors diagonale décrivent l'écrouissage latent. Les termes diagonaux sont généralement choisis égaux à 1, alors que les termes hors diagonale ont des valeurs différentes suivant le type d'interaction qu'ils représentent : systèmes coplanaires, glissement dévié, etc. De plus, on introduit un terme supplémentaire pour tenir compte de l'interaction entre familles de systèmes octaédriques et cubiques. Au final, neuf termes indépendants permettent d'envisager toutes les possibilités d'interaction entre les systèmes.

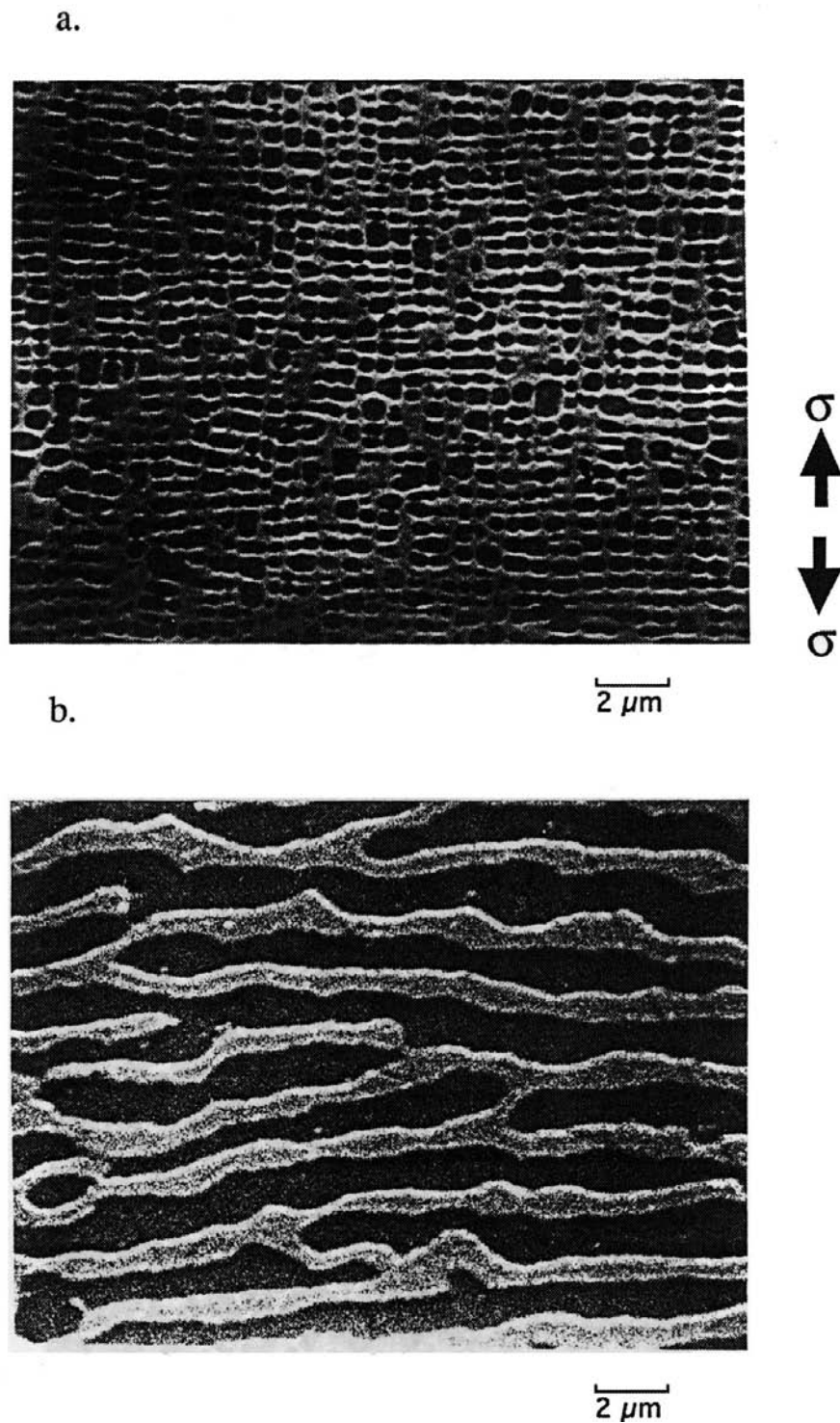


Figure 2.11: Coupe [010] montrant la microstructure de l'AM1 sollicité selon [001] à 1100°C : (a) Essai symétrique,  $\Delta\epsilon_p = 1,2\%$ ; (b) Essai avec temps de maintien en traction  $\Delta\epsilon_p = 1,03\%$ . (Hanriot, 1993).

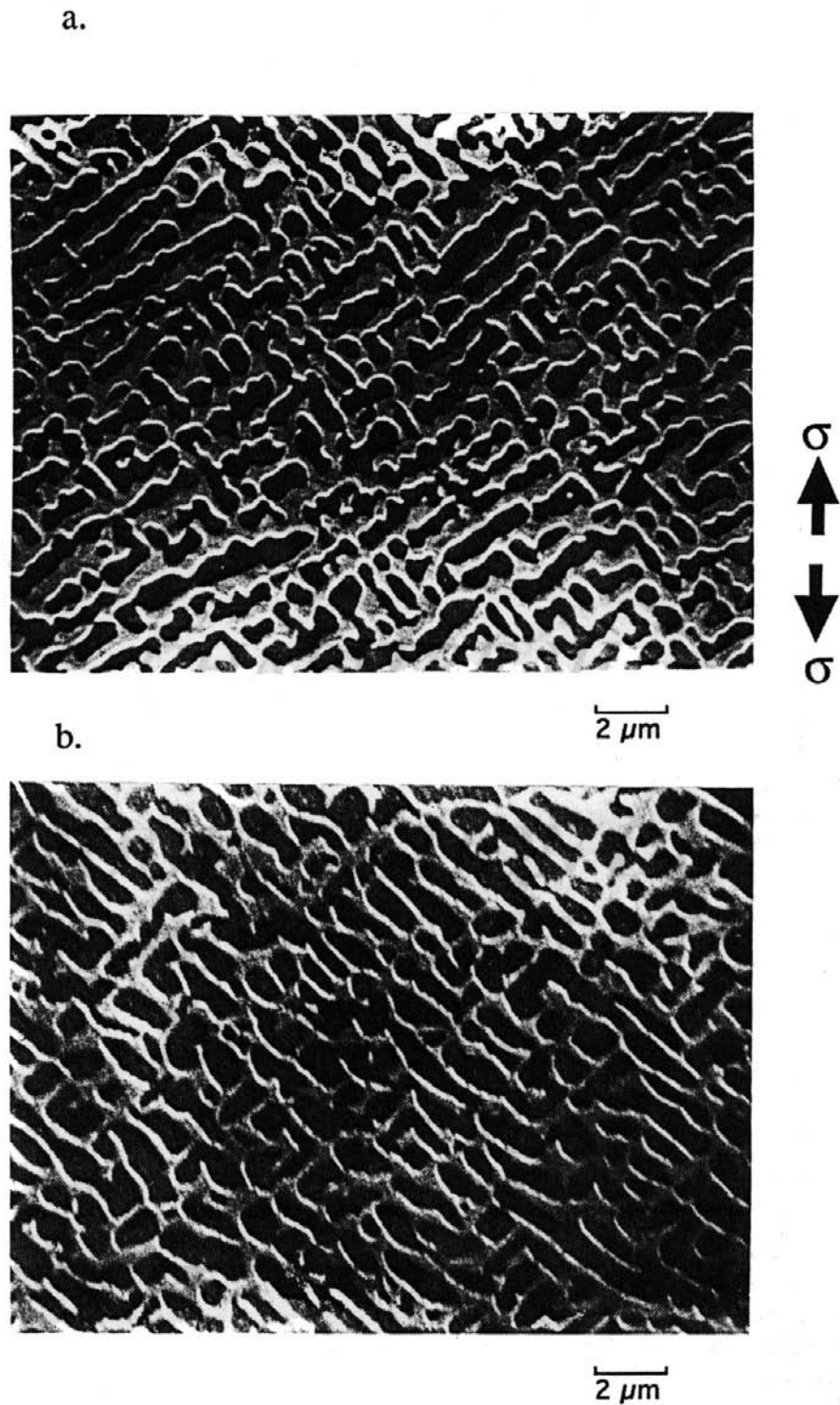


Figure 2.12: Coupe [121] montrant la microstructure de l'AM1 sollicité selon [111] à 1100°C : (a) Essai symétrique,  $\Delta\epsilon_p = 2,1\%$ ; (b) Essai avec temps de maintien en traction  $\Delta\epsilon_p = 3,2\%$ . (Hanriot, 1993).

### 2.1.3 Modélisation du comportement

La modélisation du comportement mécanique des monocristaux est un sujet important pour le dimensionnement des aubes, qui a mobilisé de nombreux chercheurs depuis le milieu des années 1980. La loi de comportement doit rendre compte des phénomènes physiques évoqués dans la section précédente, tout en offrant un nombre de paramètres raisonnable pour l'identification. Plusieurs modèles ont été proposés jusqu'à présent, que l'on peut tenter de classer en trois groupes :

- Les modèles cristallographiques phénoménologiques ;
- Les modèles cristallographiques micromécaniques ;
- Les modèles macroscopiques (basés sur la théorie des invariants).

Le modèle cristallographique phénoménologique est basé sur une description physique de la déformation des monocristaux, puisque les relations de comportement sont écrites au niveau du système de glissement. Mais il reste phénoménologique car les variables internes utilisées n'ont pas toujours de signification physique directe. C'est ce type de modèle que nous avons choisi. Il est explicité à la section 2.2.2.

Le modèle cristallographique micromécanique adopte lui aussi une formulation au niveau du système de glissement, mais les variables internes utilisées sont plus physiques. Par exemple, le modèle de Fedelich (Fedelich, 1999; Fedelich, 2002; Fedelich *et al.*, 2006) considère explicitement la largeur des couloirs de matrice, ce qui permet par exemple de tenir compte du phénomène de mise en radeau. Il considère aussi le fait que plusieurs mécanismes de déformation sont activés thermiquement, ce qui se traduit par l'emploi de relations de type Arrhénius pour la loi d'écoulement et les termes de rappel de l'écrouissage cinématique (dynamique et statique). Enfin, ce modèle considère des densités de dislocations distinctes pour les systèmes octaédriques et cubiques. Un modèle développé par Busso *et al.* (Busso et McClintock, 1996; Busso *et al.*, 2000; Meissonnier *et al.*, 2001) pour le comportement des monocristaux fait aussi appel à une description fine des mécanismes au niveau des dislocations : résistance du réseau cristallin au glissement, obstacles rencontrés par les dislocations.

Le modèle macroscopique est basé sur la théorie des invariants. Il s'agissait initialement d'utiliser un critère quadratique de type Hill (Choi et Krempl, 1989; Nouailhas, 1990) pour tenir compte de l'anisotropie cubique du matériau. Un tel critère n'est pas suffisant pour tenir compte du comportement réel du monocristal lorsque les sollicitations sont complexes (traction – torsion par exemple). C'est pourquoi des critères plus complexes basés sur une combinaison d'invariants ont été développés (Nouailhas et Culié, 1991; Nouailhas et Cailletaud, 1992). Enfin, des modèles encore plus sophistiqués ont été développés pour tenir compte de l'anisotropie induite par l'écoulement plastique (Nouailhas *et al.*, 1995). Ceci se fait au niveau de l'écrouissage cinématique non linéaire, en remplaçant les constantes par des tenseurs d'ordre quatre. C'est l'approche choisie par Toullos pour la modélisation du comportement du PWA1483 dans le cadre du projet SOCRAX (rapport D3.1, (Fedelich *et al.*, 2004)).

## 2.2 Présentation du modèle cristallographique phénoménologique

Nous avons choisi d'utiliser le modèle cristallographique phénoménologique proposé par Méric et Cailletaud (Cailletaud, 1987; Méric, 1991; Méric *et al.*, 1991; Méric et Cailletaud, 1991). En effet, ce modèle a été validé sur plusieurs alliages depuis de nombreuses années (AM1, CMSX-4, SC16). Il s'agit d'un modèle de comportement à variables internes unifié et multi-critères (un critère par système de glissement). Nous nous intéressons dans tout le manuscrit

à la formulation en petites déformations.

### 2.2.1 Hypothèses et limitations

On suppose donc que la déformation (visco-)plastique est due au glissement des dislocations sur 18 systèmes de glissement :

- 12 systèmes de glissement octaédriques, de type  $\{111\} \langle 110 \rangle$  ;
- 6 systèmes de glissement cubiques, de type  $\{001\} \langle 110 \rangle$ .

#### 2.2.1.1 Loi de Schmid

Schmid fait l'hypothèse en 1924 (Schmid, 1924) que les cristaux se déforment plastiquement lorsque la cission résolue sur un système de glissement atteint une valeur critique  $\tau_c^s$ . La cission résolue  $\tau^s$  s'écrit :

$$\tau^s = (\underline{\sigma} \cdot \underline{n}^s) \cdot \underline{l}^s = \underline{\sigma} : \underline{m}^s \quad (2.1)$$

où  $\underline{m}^s$  est le tenseur d'orientation (ou “facteur de Schmid généralisé”) :

$$\underline{m}^s = \frac{1}{2} (\underline{l}^s \otimes \underline{n}^s + \underline{n}^s \otimes \underline{l}^s) \quad (2.2)$$

#### 2.2.1.2 Limites

Ce modèle ne prend pas en compte de façon explicite la nature biphasée de l'alliage. Ceci a cependant été fait par certains auteurs, en utilisant une formulation macroscopique (Forest et Pilvin, 1996; Nouailhas et Cailletaud, 1996; Nouailhas et Lhuillier, 1997) ou plus physique (Fedelich, 1999; Fedelich, 2002; Fedelich *et al.*, 2006). Les changements de microstructure éventuels ne sont pas non plus pris en compte explicitement (par exemple, la mise en radeau à haute température). Comme nous le montrons dans la section 2.2.2, le modèle peut prendre en compte les éventuelles interactions entre systèmes de glissement, par l'intermédiaire de l'écroutissage isotrope. Enfin, l'hypothèse qui veut que le cristal se déforme selon 12 systèmes octaédriques et 6 systèmes cubiques n'est pas vraie dans tous les cas : primo, le glissement cubique peut être soit du véritable glissement sur des systèmes  $\{100\} \langle 110 \rangle$  dans la phase  $\gamma'$ , soit du glissement cubique macroscopique, c'est-à-dire du glissement octaédrique dévié, dans la matrice  $\gamma$ . Secundo, comme on l'a évoqué dans la section consacrée au fluage, certains monocristaux de superalliages se déforment inélastiquement par glissement des dislocations sur des systèmes  $\{110\} \langle 110 \rangle$  ou bien  $\{111\} \langle 112 \rangle$  par exemple (cas du fluage notamment).

### 2.2.2 Formulation du modèle

On fait l'hypothèse classique de partition des déformations :

$$\dot{\underline{\epsilon}} = \dot{\underline{\epsilon}}^e + \dot{\underline{\epsilon}}^p \quad (2.3)$$

La structure CFC du monocristal engendre une anisotropie cubique du comportement mécanique. Le tenseur d'élasticité  $\underline{\mathbb{C}}$  possède donc trois constantes distinctes à une température donnée.

On a :

$$\underline{\sigma} = \underline{\mathbf{C}} : \underline{\varepsilon}^e \quad (2.4)$$

Si l'on adopte la notation de Voigt :

|                                    |                                    |                                    |                                      |                                      |                                      |
|------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| $\sigma_{11} = \sigma_1$           | $\sigma_{22} = \sigma_2$           | $\sigma_{33} = \sigma_3$           | $\sigma_{23} = \sigma_4$             | $\sigma_{13} = \sigma_5$             | $\sigma_{12} = \sigma_6$             |
| $\varepsilon_{11} = \varepsilon_1$ | $\varepsilon_{22} = \varepsilon_2$ | $\varepsilon_{33} = \varepsilon_3$ | $2 \varepsilon_{23} = \varepsilon_4$ | $2 \varepsilon_{13} = \varepsilon_5$ | $2 \varepsilon_{12} = \varepsilon_6$ |

Tableau 2.1: Notation de Voigt.

On a alors :

$$\sigma_I = C_{IJ} \varepsilon_J^e \quad (2.5)$$

avec :

$$\mathbf{C} = \begin{bmatrix} \mathbf{C}_{11} & \mathbf{C}_{12} & \mathbf{C}_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \mathbf{C}_{12} & \mathbf{C}_{11} & \mathbf{C}_{12} & 0 & 0 & 0 \\ \mathbf{C}_{12} & \mathbf{C}_{12} & \mathbf{C}_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \mathbf{C}_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \mathbf{C}_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \mathbf{C}_{44} \end{bmatrix}_{cristal}$$

On montre un exemple de calcul de ces coefficients dans la section 2.3.3.1.

La **vitesse de déformation viscoplastique** macroscopique  $\dot{\underline{\varepsilon}}^p$  est obtenue à partir du calcul des vitesses de glissement sur chacun des systèmes :

$$\dot{\underline{\varepsilon}}^p = \dot{\underline{\varepsilon}}_{oct}^p + \dot{\underline{\varepsilon}}_{cub}^p = \sum_{s=1}^{12} \underline{m}^s \dot{\gamma}_{oct}^s + \sum_{s=1}^6 \underline{m}^s \dot{\gamma}_{cub}^s \quad (2.6)$$

La **loi d'écoulement** est écrite au niveau du système de glissement. Elle fait appel à une formulation macroscopique classique, une loi de Norton avec seuil, qui permet de décrire le fluage secondaire :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r^s}{k} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (2.7)$$

où  $\langle \rangle$  désigne la fonction partie positive :

$$\langle x \rangle = \begin{cases} 0 & \text{si } x < 0 \\ x & \text{si } x \geq 0 \end{cases}$$

$\dot{\gamma}^s$  est la vitesse de glissement sur le système  $s$  ;  $n$  et  $k$  sont les coefficients de Norton, alors que  $r^s$  et  $x^s$  sont des variables internes désignant respectivement l'écrouissage isotrope et l'écrouissage cinématique.

L'**écrouissage isotrope** est défini ainsi :

$$r^s = r_0 + Q \sum_r H^{sr} (1 - \exp(-b\nu^r)) \quad \text{avec} \quad \nu^r = |\dot{\gamma}^r| \quad (2.8)$$

$Q$  est un paramètre qui définit la valeur asymptotique correspondant au régime cyclique stabilisé pour le système  $s$  et  $b$  indique la rapidité de stabilisation.  $r_0$  désigne quant à lui la limite d'élasticité initiale sur la famille de systèmes de glissement considérée. La matrice  $H^{sr}$  permet de tenir compte des éventuelles interactions entre les systèmes de glissement. Cependant, dans le cas des superalliages monocristallins à base de nickel, cette matrice est souvent prise égale à l'identité, ce qui signifie qu'on ne considère que le phénomène d'auto-écrouissage (Méric *et al.*, 1991; Méric et Cailletaud, 1991; Hanriot, 1993; Nouailhas *et al.*, 1993).

L'**écrouissage cinématique** est choisi non-linéaire (Lemaitre et Chaboche, 1985; Chaboche, 1989) :

$$x^s = c\alpha^s \quad \text{avec} \quad \dot{\alpha}^s = \dot{\gamma}^s - d\nu^s\alpha^s - \omega(\alpha^s) \quad (2.9)$$

$c$  et  $d$  sont deux paramètres ajustables du modèle. Le terme  $d\nu^s\alpha^s$  est un terme de rappel classique pour l'écrouissage cinématique non-linéaire, basé sur la déformation plastique cumulée (en l'occurrence, le glissement cumulé sur le système  $s$ ,  $\nu^s$ ). Il permet de décrire les effets d'histoire du chargement, tels l'effet Bauschinger (Bauschinger, 1881) ou plus généralement le déplacement du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes (Lemaitre et Chaboche, 1985; Lemaitre et Chaboche, 1990). Notons qu'il est possible de tenir compte d'une dissymétrie initiale des boucles contrainte-déformation en prenant une valeur initiale non nulle pour  $x^s$ . L'intégration de l'équation 2.9 (dépourvue du terme  $\omega(\alpha^s)$ ) pour un chargement de fatigue symétrique isotherme donne :

$$x^s = \pm \frac{c}{d} (1 - \exp(\mp d\gamma^s)) \quad (2.10)$$

Le terme  $\omega$  permet de prendre en compte les phénomènes de restauration de la microstructure, qui surviennent lors de longs maintiens à haute température (réarrangement et annihilation des dislocations). Il s'agit d'un terme de "restauration statique", dans le sens où la contrainte interne  $x^s$  ne va diminuer que sous l'effet du temps (pas d'un cumul de la déformation plastique). La formulation suivante est souvent utilisée (Lemaitre et Chaboche, 1985) :

$$\omega(\alpha) = \left( \frac{c|\alpha^s|}{M} \right)^m \text{sign}(\alpha^s) \quad (2.11)$$

Ainsi, pour chacune des deux familles de systèmes de glissement considérées, ce sont jusqu'à neuf paramètres viscoplastiques qu'il faut identifier, sans compter les termes de la matrice d'interaction :  $k$ ,  $n$ ,  $r_0$ ,  $Q$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $d$ ,  $M$ ,  $m$ .

### 2.2.3 Identification du modèle pour l'AM1

Hanriot (Hanriot, 1993) a étudié le comportement mécanique sous sollicitations cycliques de l'AM1 de 20°C à 1100°C, et elle a identifié le modèle cristallographique phénoménologique pour cette gamme de températures. Les essais considérés sont des essais de traction à des vitesses variant de  $10^{-5}$  à  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , et des essais d'écrouissage cyclique avec et sans temps de maintien en traction. Ceci pour les orientations  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ . Quelques exemples de résultats pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$  sont montrés sur les figures 2.13 à 2.16. Les résultats d'identification pour l'orientation  $\langle 111 \rangle$  sont montrés en annexe A.

On constate que les tractions sont moyennement reproduites (figure 2.13). Les essais cycliques sont par contre bien reproduits, notamment en l'absence de temps de maintien (figure 2.14). Les essais cycliques avec temps de maintien sont assez bien reproduits (figure 2.15), même si

la relaxation de contrainte durant le temps de maintien n'est pas suffisante (figure 2.16). En ce qui concerne les résultats pour l'orientation  $\langle 110 \rangle$ , on peut voir que la réponse cyclique pure est bonne (figure 2.17), mais on ne dispose pas d'autres résultats pour cette orientation à 950°C (tractions, essais cycliques avec temps de maintien).

La validation en chargement anisotherme a aussi été effectuée, en veillant à la régularité de l'évolution des constantes avec la température.



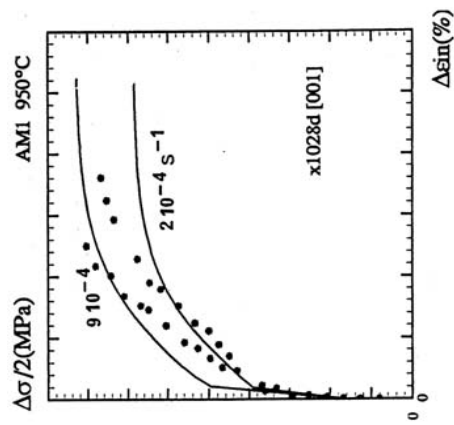


Figure 2.13: Essais de traction. AM1  $\langle 001 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

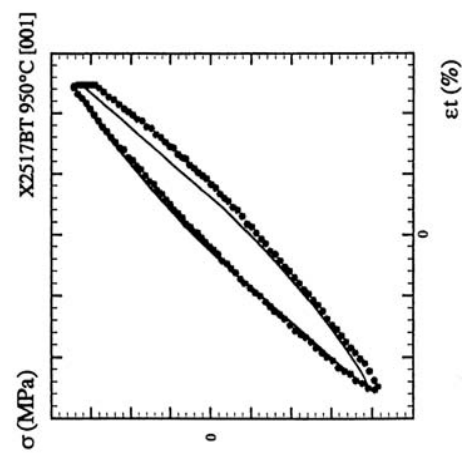


Figure 2.15: Essai cyclique avec maintien. AM1  $\langle 001 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

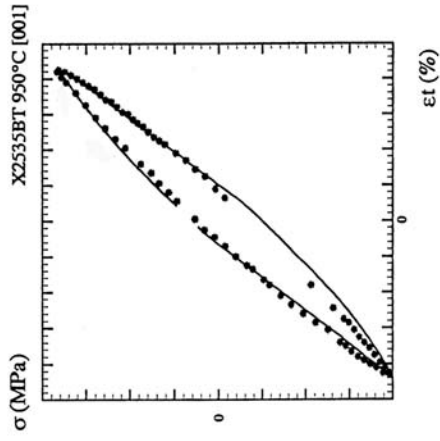


Figure 2.14: Essai cyclique. AM1  $\langle 001 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

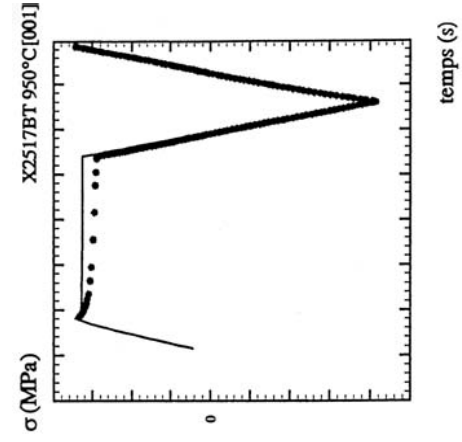


Figure 2.16: Essai cyclique avec maintien. Relaxation de contrainte. AM1  $\langle 001 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

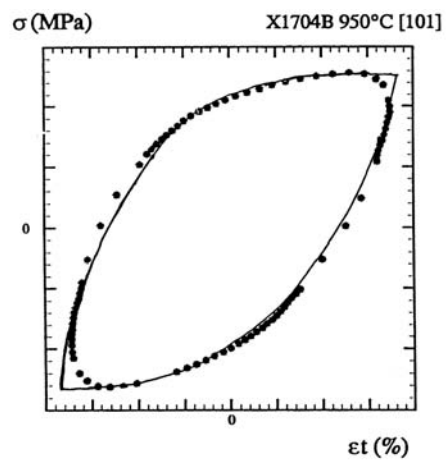


Figure 2.17: Essai cyclique. AM1  $\langle 110 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

## 2.3 Identification du modèle pour le PWA1483 à 950°C

La simulation par éléments finis de la propagation de fissure nécessite d’avoir des lois de comportement bien identifiées, et ce pour des sollicitations diverses : traction, fatigue et fatigue-fluage, mais aussi fluage (principalement pour l’application aubes de turbine terrestres). Aucune loi de comportement n’était disponible avant le début de SOCRAX pour le PWA1483. Une des tâches fût donc la réalisation d’essais de comportement, puis l’identification de lois de comportement pour cet alliage. La température cible est 950°C, même si l’identification est nécessaire à d’autres températures pour les simulations anisothermes de propagation de fissure. Les résultats de l’identification à 750°C sont présentés en annexe A.

### 2.3.1 Essais mécaniques effectués

La présence d’une fissure dans une aube engendre des spécificités dont il faut tenir compte pour l’identification de la loi de comportement. Notamment, les vitesses de déformation à proximité de la pointe de la fissure deviennent très importantes. De plus, le fluage doit être pris en compte lorsque l’on s’intéresse aux aubes de turbines industrielles. Des essais mécaniques variés ont été effectués par les différents partenaires du projet. La liste des 24 essais pris en compte pour l’identification est indiquée dans le tableau de la figure 2.18. Trois orientations cristallographiques sont représentées, ce qui permet d’identifier les coefficients pour les systèmes octaédriques et cubiques. Comme on l’a expliqué dans le chapitre 1, la désorientation des éprouvettes est exprimée par deux angles  $\theta$  et  $\rho$ . Dans le tableau de la figure 2.18, on donne les valeurs de  $\theta$  et  $\rho$  pour chaque éprouvette et les coordonnées vectorielles  $(x_1, y_1, z_1)^t, (x_2, y_2, z_2)^t$  requises par Z-Set. Le passage de  $(\theta, \rho)$  à  $(x_1, y_1, z_1)^t, (x_2, y_2, z_2)^t$  est expliqué dans l’annexe A.

On peut voir dans le tableau de la figure 2.18 que les seuls essais d’écrouissage cyclique ont été effectués par Armines, pour les orientations  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (essais n°9, 10 et 14, avec et sans temps de maintien en traction). Avec ce type d’essai, on peut couvrir plusieurs niveaux de déformation sur une même éprouvette. De plus, on teste aussi la sensibilité à la vitesse de déformation, puisque la fréquence de l’essai est fixée et que le niveau de déformation augmente. En l’occurrence, on ajuste la durée du cycle de façon à avoir une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  lorsque  $\Delta\epsilon = 0.01$ .

### 2.3.2 Procédure d’optimisation

Cette section a pour but de préciser les outils utilisés pour l’identification des paramètres de la loi de comportement, et de décrire la méthodologie adoptée pour l’identification.

#### 2.3.2.1 Outils numériques

Toute l’identification a été effectuée grâce aux modules Z-Optim et Z-Sim du logiciel Z-Set, développé par le Centre des Matériaux de l’Ecole des Mines de Paris, l’ONERA et Northwest Numerics.

- Z-Sim est un module qui permet de simuler les lois de comportement sans effectuer de calcul par élément finis. Il s’agit en fait d’un solveur d’équation aux dérivées partielles ;
- Z-Optim est l’optimiseur qui compare les résultats de la simulation aux fichiers d’essais, et fait varier les paramètres afin de converger vers la meilleure solution.

Tests used for PWA1483 crystallographic model calibration

## TENSILE TESTS

| Test # | Bar/test id        | Crystal orientation | Temperature (°C) | Carried out by | Strain rate (s <sup>-1</sup> ) | Real crystal orientation (°) | #    | p       | x1      | y1      | z1       | x2      | y2          | z2 |
|--------|--------------------|---------------------|------------------|----------------|--------------------------------|------------------------------|------|---------|---------|---------|----------|---------|-------------|----|
| 1      | 107_010_2_T950_006 | <001>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-5</sup>               | 1.0                          | 2.0  | 0.99985 | 0.01744 | 0.00061 | 1.00000  | 0.00000 | -1641.56985 |    |
| 2      | 107_001_8_T950_06  | <001>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-4</sup>               | 2.2                          | 26.5 | 0.99926 | 0.03435 | 0.01713 | 1.00000  | 0.00000 | -58.33900   |    |
| 3      | 107_003_10_T950_6  | <001>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-3</sup>               | 2.2                          | 26.5 | 0.99926 | 0.03435 | 0.01713 | 1.00000  | 0.00000 | -58.33900   |    |
| 4      | 140_111_4_T950_006 | <111>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-5</sup>               | 53.2                         | 44.1 | 0.99902 | 0.57503 | 0.53724 | 1.00000  | 1.00000 | -2.10690    |    |
| 5      | 137_111_8_T950_06  | <111>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-4</sup>               | 50.0                         | 44.2 | 0.64279 | 0.54959 | 0.53406 | 1.00000  | 1.00000 | -2.23191    |    |
| 6      | 140_111_2_T950_6   | <111>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-3</sup>               | 53.2                         | 44.1 | 0.99902 | 0.57503 | 0.53724 | 1.00000  | 1.00000 | -2.10690    |    |
| 7      | 140_011_2_T950_06  | <110>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-4</sup>               | 39.8                         | 3.2  | 0.76828 | 0.63911 | 0.03573 | -1.00000 | 1.00000 | 3.61503     |    |
| 8      | 139_011_2_T950_6   | <110>               | 950              | SIEMENS / EPM  | 10 <sup>-3</sup>               | 39.0                         | 1.6  | 0.77715 | 0.62908 | 0.01757 | -1.00000 | 1.00000 | 8.42669     |    |

## CYCLIC TESTS

| Test # | Bar/test id      | Crystal orientation | Temperature (°C) | Carried out by | Strain ranges (%)     | Strain rate (s <sup>-1</sup> ) | Load ratio | Dwell Period (min) | Position of dwell | Real crystal orientation (°) | #    | p    | x1      | y1      | z1      | x2       | y2      | z2        |
|--------|------------------|---------------------|------------------|----------------|-----------------------|--------------------------------|------------|--------------------|-------------------|------------------------------|------|------|---------|---------|---------|----------|---------|-----------|
| 9      | 106_001_1/1/CP01 | <001>               | 950              | ARMORES        | 2.50/60.70/81.0/1.23  | Incremental                    | -1         | 0                  | —                 | —                            | 3.2  | 19.4 | 0.99844 | 0.05265 | 0.01854 | 1.00000  | 0.00000 | -53.84829 |
| 10     | 106_001_2/1/CP02 | <001>               | 950              | ARMORES        | 1.41/61.82/0.02/20.47 | Incremental                    | -1         | 10                 | T                 | T                            | 3.2  | 19.4 | 0.99844 | 0.05265 | 0.01854 | 1.00000  | 0.00000 | -53.84829 |
| 11     | 106_001_3/1/CP03 | <001>               | 950              | ARMORES        | 1.92/0.02/44.6/2.87   | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 10                 | T                 | T                            | 3.2  | 19.4 | 0.99844 | 0.05265 | 0.01854 | 1.00000  | 0.00000 | -53.84829 |
| 12     | 105_001_1        | <001>               | 950              | CNR-IRMI       | 1                     | 10 <sup>-3</sup>               | -1         | 0                  | —                 | —                            | 8.7  | 35.9 | 0.99317 | 0.09451 | 0.06841 | 1.00000  | 0.00000 | -14.51729 |
| 13     | 136_111_3        | <111>               | 950              | ARMORES        | 0.8                   | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 10                 | T                 | T                            | 53.2 | 44.3 | 0.59902 | 0.57208 | 0.55924 | 1.00000  | 1.00000 | -2.09587  |
| 14     | 136_111_4        | <111>               | 950              | ARMORES        | 0.50/60.70/81.0/1.23  | Incremental                    | -1         | 0                  | —                 | —                            | 53.2 | 44.3 | 0.59902 | 0.57208 | 0.55924 | 1.00000  | 1.00000 | -2.09587  |
| 15     | A135_111_2       | <111>               | 950              | CNR-IRMI       | 0.6                   | 10 <sup>-3</sup>               | -1         | 0                  | —                 | —                            | 46.0 | 41.9 | 0.65606 | 0.56174 | 0.50402 | 1.00000  | 1.00000 | -2.41617  |
| 16     | 138_011_1        | <110>               | 950              | SIEMENS        | 0.98                  | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 0                  | —                 | —                            | 37.2 | 4.5  | 0.79653 | 0.60239 | 0.05164 | -1.00000 | 1.00000 | 3.75928   |
| 17     | 138_011_3        | <110>               | 950              | SIEMENS        | 0.98                  | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 10                 | T                 | T                            | 37.2 | 4.5  | 0.79653 | 0.60239 | 0.05164 | -1.00000 | 1.00000 | 3.75928   |

## CREEP TESTS

| Test # | Bar/test id        | Crystal orientation | Temperature (°C) | Carried out by | Stress (MPa) | Real crystal orientation (°) | #    | p       | x1      | y1      | z1      | x2      | y2        | z2 |
|--------|--------------------|---------------------|------------------|----------------|--------------|------------------------------|------|---------|---------|---------|---------|---------|-----------|----|
| 18     | 135_001_5          | <001>               | 950              | CNR-IRMI       | 200          | 4.0                          | 4.0  | 0.99756 | 0.05184 | 0.04668 | 1.00000 | 0.00000 | -21.37201 |    |
| 19     | 135_001_3          | <001>               | 950              | CNR-IRMI       | 300          | 4.0                          | 4.0  | 0.99756 | 0.05184 | 0.04668 | 1.00000 | 0.00000 | -21.37201 |    |
| 20     | 135_111_14/SIEMENS | <111>               | 950              | SIEMENS        | 150          | 50.7                         | 41.7 | 0.63338 | 0.57778 | 0.51478 | 1.00000 | 1.00000 | -2.35276  |    |
| 21     | 135_111_4          | <111>               | 950              | CNR-IRMI       | 250          | 56.7                         | 41.7 | 0.63338 | 0.57778 | 0.51478 | 1.00000 | 1.00000 | -2.35276  |    |

Figure 2.18: Liste des essais utilisés pour l'identification, et orientation cristallographique des éprouvettes.

La méthode choisie pour intégrer la loi de comportement est une “ $\theta$ -méthode”, c’est-à-dire une méthode d’Euler paramétrée par un réel  $\theta$  (compris entre 0 et 1) :

$$x(t + \Delta t) - x(t) = \dot{x}(t + \theta \Delta t) \Delta t \quad (2.12)$$

Le vecteur des variables internes  $x$  n’est pas évalué au début de l’incrément, comme dans une méthode explicite, mais à un instant intermédiaire  $t_\theta = t + \theta \Delta t$  compris entre le début et la fin de l’incrément. On choisit une valeur de  $\theta$  égale à 0.5, qui autorise dans la pratique une bonne vitesse de convergence.

L’optimisation de la loi de comportement repose sur le principe suivant, illustré sur la figure 2.19 : on introduit un jeu de paramètres initial, et on désigne les paramètres qui doivent être optimisés, ainsi que les valeurs à ne pas dépasser. Puis on lance le calcul avec ces paramètres. On obtient alors une solution qui est comparée aux résultats expérimentaux, en utilisant une méthode des moindres carrés généralisée (fonction coût) :

$$F(x) = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N \omega_i (f(x, t_i) - y(t_i))^2 \quad (2.13)$$

où  $f$  est le résultat de la simulation  $i$ , au temps  $t_i$  et  $y(t_i)$  est la valeur expérimentale au même instant.  $\omega_i$  représente le poids attribué à la comparaison  $i$ . L’algorithme d’optimisation utilisé est celui de Levenberg-Marquart (Levenberg, 1944; Moré, 1977). Il s’agit d’un algorithme local classique, qui cherche la meilleure solution dans le voisinage de la solution courante. Cela présente l’avantage d’une convergence rapide, mais l’algorithme est sensible aux minima locaux de la fonction coût, ce qui peut poser problème. C’est la raison pour laquelle il faut que le jeu de paramètres initial soit réaliste, c’est-à-dire assez proche du meilleur jeu, sous peine de ne jamais converger vers la meilleure solution. Dans le cas présent, on a pris comme jeu de départ les paramètres de la loi de comportement de l’AM1 à 950°C, même si le comportement des matériaux diffère à cette température.

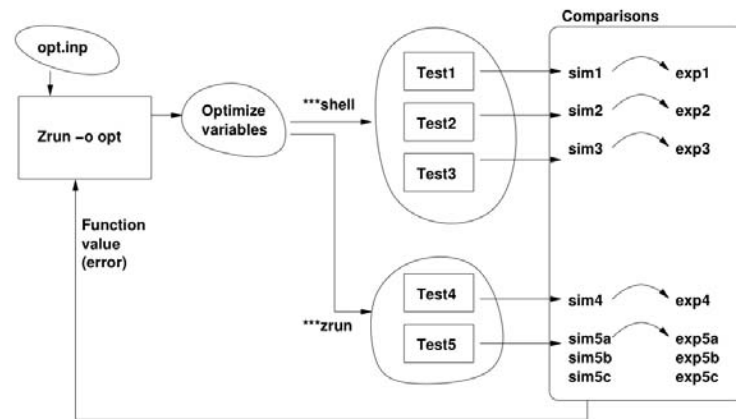


Figure 2.19: Schéma illustrant la procédure d’optimisation avec Z-Set.

### 2.3.2.2 Méthodologie

La méthodologie adoptée pour identifier les paramètres de la loi de comportement est proche de celle utilisée pour les matériaux isotropes. La différence réside dans l’anisotropie du matériau. Ainsi, l’orientation  $\langle 001 \rangle$  est utilisée pour identifier les paramètres des systèmes

octaédriques car ce sont les seuls systèmes activés, puisque le facteur de Schmid vaut 0 sur les systèmes cubiques pour une orientation cristallographique  $\langle 001 \rangle$  parfaite. A l'inverse, l'identification des paramètres relatifs aux systèmes cubiques est effectuée grâce aux essais selon  $\langle 111 \rangle$ , car pour cette orientation le facteur de Schmid des systèmes cubiques est supérieur à celui des systèmes octaédriques. Quant à l'orientation  $\langle 110 \rangle$ , elle est utilisée pour vérifier les résultats et tenir compte d'une éventuelle interaction entre systèmes de glissement (et notamment entre les familles octaédrique et cubique).

Les essais référencés dans le tableau 2.18 peuvent être scindés en trois catégories distinctes, qui permettent d'identifier différents paramètres.

- Les essais de traction (essais 1 à 8) à différentes vitesses permettent de calibrer les paramètres de viscosité  $k$  et  $n$ , ainsi que  $r_0$  en première approximation. On observe un adoucissement lorsque le niveau de déformation devient important (figures 2.20 et 2.36), qui peut être pris en compte par l'écrouissage isotrope non-linéaire (par exemple, double écrouissage isotrope non-linéaire avec un terme  $Q$  négatif). Rappelons cependant que pour les essais de traction, les écrouissages isotrope et cinématique sont indiscernables.
- Les essais cycliques (essais 9 à 17), et plus particulièrement les essais symétriques ( $R = -1$ ) sans temps de maintien permettent d'identifier les paramètres  $Q$  et  $b$  de l'écrouissage isotrope non-linéaire. Cet écrouissage traduit le durcissement (voire l'adoucissement) cyclique du matériau. Par ailleurs, la présence d'une contrainte moyenne non nulle peut être décrite par l'écrouissage cinématique non linéaire (paramètres  $c$  et  $d$ ). Les tests cycliques qui incorporent un temps de maintien en traction permettent d'ajuster les paramètres de viscosité  $k$  et  $n$ , lors de la phase de relaxation de contrainte. De plus, si une restauration survient lors des longs temps de maintien, il est possible d'introduire le terme  $\omega$  de l'équation 2.9. On peut alors identifier les paramètres  $M$  et  $m$  (équation 2.11).
- Les essais de fluage (essais 18 à 23) sont quant à eux utilisés pour vérifier si les paramètres de viscosité (et de restauration, le cas échéant) sont justes, pour une loi d'écoulement donnée.

Toutes les simulations sont effectuées de manière à reproduire fidèlement toute l'histoire du chargement. C'est pourquoi pour tous les essais cycliques on simule toute l'histoire du chargement (y compris le nombre de cycles effectués à chaque niveau de déformation pour les essais d'écrouissage cyclique). De même, on essaye dans la mesure du possible de reproduire fidèlement la mise en charge des éprouvettes de fluage. Enfin, dans tous les cas on tient compte de l'orientation réelle des éprouvettes mesurée par Laue en retour, et reportée dans le tableau 2.18.

### 2.3.3 Résultats

#### 2.3.3.1 Elasticité

Siemens nous a fourni les trois valeurs de souplesse pour le PWA1483 à 950°C, qui sont indiquées dans le tableau 2.2.

$$\begin{aligned} \mathbf{S}_{11} &= 1,174.10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \\ \mathbf{S}_{12} &= -0,486.10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \\ \mathbf{S}_{44} &= 1.085.10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \end{aligned}$$

Tableau 2.2: Valeurs des souplesses élastiques du PWA1483 à 950°C.

En inversant la matrice des souplesses exprimée dans le repère cristallographique, on obtient les trois composantes du tenseur d'élasticité à 950°C :

$$\begin{aligned} C_{11} &= \frac{S_{11}+S_{12}}{S_{11}^2+S_{11}S_{12}-2S_{12}^2} = 205180 \text{ MPa} \\ C_{12} &= -\frac{S_{12}}{S_{11}^2+S_{11}S_{12}-2S_{12}^2} = 144940 \text{ MPa} \\ C_{44} &= \frac{1}{S_{44}} = 92170 \text{ MPa} \end{aligned}$$

Ces valeurs donnent des modules d'élasticité apparents cohérents avec ceux mesurés par Siemens à 950°C (tableau 2.3). Ces valeurs sont aussi cohérentes avec nos mesures.

$$\begin{aligned} E_{\langle 001 \rangle} &= 85000 \text{ MPa} \\ E_{\langle 110 \rangle} &= 162400 \text{ MPa} \\ E_{\langle 111 \rangle} &= 233200 \text{ MPa} \end{aligned}$$

Tableau 2.3: Valeurs des modules d'élasticité apparents du PWA1483 à 950°C, selon  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ .

### 2.3.3.2 Analyse des résultats

Nous présentons les résultats de l'identification en justifiant les choix effectués et en présentant les améliorations possibles. Les coefficients optimaux pour le PWA1483 à 950°C figurent dans le tableau 2.4. On rappelle ceux obtenus par Hanriot (Hanriot, 1993) pour l'AM1 dans le tableau 2.5. Les figures 2.20 à 2.27 représentent les résultats pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$ . Les figures 2.28 à 2.35 représentent les résultats pour l'orientation  $\langle 111 \rangle$ , alors que les résultats pour l'orientation  $\langle 110 \rangle$  figurent sur les figures 2.36 à 2.39.

|                         | <i>Viscosity</i>     |     | <i>Isotropic hardening</i> |     |     | <i>Kinematic hardening</i> |     |     |     |
|-------------------------|----------------------|-----|----------------------------|-----|-----|----------------------------|-----|-----|-----|
|                         | $k$                  | $n$ | $r_0$                      | $Q$ | $b$ | $c$                        | $d$ | $M$ | $m$ |
|                         | MPa.s <sup>1/n</sup> |     | MPa                        | MPa |     | MPa                        |     |     |     |
| Octahedral slip systems | 770                  | 5.3 | 18                         | 0   | 0   | 105500                     | 900 | 600 | 8.0 |
| Cube slip systems       | 570                  | 5.3 | 11                         | 0   | 0   | 63000                      | 850 | 720 | 8.0 |

Tableau 2.4: Paramètres du modèle pour le PWA1483 à 950°C.

|                         | <i>Viscosity</i>     |     | <i>Isotropic hardening</i> |     |     | <i>Kinematic hardening</i> |      |     |     |
|-------------------------|----------------------|-----|----------------------------|-----|-----|----------------------------|------|-----|-----|
|                         | $k$                  | $n$ | $r_0$                      | $Q$ | $b$ | $c$                        | $d$  | $M$ | $m$ |
|                         | MPa.s <sup>1/n</sup> |     | MPa                        | MPa |     | MPa                        |      |     |     |
| Octahedral slip systems | 517                  | 5.0 | 69                         | 0   | 0   | 215600                     | 1960 | 0   | 0   |
| Cube slip systems       | 707                  | 5.0 | 47                         | 0   | 0   | 90480                      | 1131 | 0   | 0   |

Tableau 2.5: Paramètres du modèle pour l'AM1 à 950°C (Hanriot, 1993).

### **Orientation $\langle 001 \rangle$**

On observe, comme pour l'AM1 (Hanriot, 1993), qu'il n'y a pas d'écrouissage cyclique sensible (figure 2.24). C'est pour cette raison que les paramètres  $Q$  et  $b$  valent 0 (tableau 2.4). Nous avons choisi de ne pas modéliser le pic de contraintes observé sur les tractions (figure 2.20 par exemple). Des essais d'identification avec un double écrouissage isotrope ont été faits, mais les résultats pour les essais cycliques n'étaient satisfaisants.

Comme on peut le voir sur les figures 2.21 et 2.22 notamment, les paramètres  $c$  et  $d$  choisis pour l'écrouissage cinématique donnent une description satisfaisante de la forme des boucles, mais perfectible. Durant la procédure d'optimisation, nous nous sommes aperçus qu'un double écrouissage cinématique aurait été nécessaire. En effet, il apparaissait qu'un rapport  $\frac{c}{d}$  petit aurait permis une bonne description des essais de traction, alors qu'au contraire une valeur élevée de  $\frac{c}{d}$  est nécessaire pour être fidèle aux essais cycliques. Ceci traduit le fait qu'il semble y avoir deux mécanismes de déformation, l'un prédominant aux faibles niveaux de déformation, l'autre étant plus sensible aux niveaux de déformation importants. Hélas cette fonctionnalité n'était pas disponible pour le monocristal dans Zébulon, et l'implantation d'un modèle avec double écrouissage cinématique en Zebfront (pré-processeur de Z-SeT) sortait du cadre de ce travail. Finalement, les valeurs de  $c$  et  $d$  trouvées représentent un compromis.

L'effet cinématique apparaît aussi au niveau de la contrainte moyenne pour les essais symétriques. Pour  $\langle 001 \rangle$ , on observe que la contrainte moyenne est nulle pour l'essai n°12 (figure 2.24), ce qui s'explique par une faible déformation plastique (figure 2.23). Dans le cas de l'essai d'écrouissage cyclique n°9 (figure 2.21), la contrainte moyenne est nulle jusqu'à ce qu'on atteigne un niveau de déformation suffisant ( $\Delta\epsilon = 1.4\%$ ), puis elle est légèrement négative ( $\bar{\sigma} = -20 \text{ MPa}$ ). On observe aussi une contrainte moyenne négative pour l'essai n°10, légèrement plus faible ( $\bar{\sigma} = -70 \text{ MPa}$ ), jusqu'à une amplitude de déformation de 2.2 %, au-delà de laquelle de l'endommagement apparaît. Pour l'orientation  $\langle 111 \rangle$ , la contrainte moyenne est nulle (essai n°14, figure 2.29). Le modèle permet de rendre compte de ce phénomène (figures 2.21, 2.22, 2.23 et 2.24).

Les paramètres de viscosité  $k$  et  $n$  choisis permettent de rendre compte de manière très satisfaisante de l'effet de vitesse pour les essais de traction (figure 2.20) et aussi pour les essais cycliques (figures 2.21 et 2.22). Néanmoins, il s'est avéré que la relaxation de contrainte des essais n°10 et 11 (figures 2.22, 2.25 et 2.26) ne pouvait être décrite à l'aide des paramètres  $k$  et  $n$  dans le cas d'un écrouissage cinématique non linéaire "classique" (avec un terme de rappel dépendant de la déformation plastique), sans détériorer l'effet de sensibilité à la vitesse observé pour les essais de traction. C'est pourquoi nous avons introduit un terme supplémentaire de restauration statique  $\omega$  dans l'écrouissage cinématique, qui traduit l'annihilation et le réarrangement des dislocations pendant un long temps de maintien à haute température. Dès lors, on obtient une très bonne description de la relaxation de contrainte (figure 2.26). Ceci n'a été fait que rarement jusqu'à présent dans le cas des monocristaux de superalliage. On peut citer le travail de Boubidi sur le SC16 (Boubidi, 2000).

On peut noter qu'on a une réponse correcte pour le fluage (figure 2.27). Elle aurait pu être améliorée en changeant de loi d'écoulement, en adoptant par exemple une loi à sinus hyperbolique de type Sellars-Tegart (Sellars et Tegart, 1966; Sellars et Tegart, 1972). C'est le choix qui a été effectué par certains partenaires du projet (rapport SOCRAX D3.1 : (Fedelich *et al.*, 2004)). Nous avons fait le choix de conserver une loi d'écoulement classique de type Norton, qui offre des résultats satisfaisants en fatigue-fluage, même pour des temps de maintien de dix minutes, et pour des durées de fluage raisonnables.



**Orientation  $\langle 111 \rangle$** 

On constate que la réponse du modèle est encore meilleure que pour la direction  $\langle 001 \rangle$ . Les tractions sont bien simulées (figure 2.28), mis à part le crochet de traction. La description des essais cycliques est très satisfaisante, que ce soit sans temps de maintien (figures 2.29, 2.33 et 2.34), ou avec (figures 2.30, 2.31 et 2.32). Le fluage (figure 2.35) est décrit moyennement, ce qui n'a visiblement pas d'impact sur les résultats en fatigue-fluage.

**Orientation  $\langle 110 \rangle$** 

Cette orientation n'a pas servi à l'optimisation des paramètres. On compare simplement les résultats de la simulation avec le meilleur jeu de paramètres (tableau 2.4) aux résultats expérimentaux. On observe que les tractions (figure 2.36) sont très bien décrites, y compris la sensibilité à la vitesse. Par contre, la qualité de la simulation est moins bonne pour les essais cycliques, que ce soit sans temps de maintien (figure 2.37), ou avec (figure 2.38). Si les contraintes minimale et maximale sont correctes, la forme des boucles est beaucoup trop "arrondie". Ceci peut s'expliquer par une interaction éventuelle entre les systèmes de glissement, qui n'a pas été prise en compte ici. En effet, on constate que l'écrouissage isotrope est constant, ce qui fait que la matrice d'interaction  $H^{sr}$  (équation 2.8, page 42) n'intervient pas dans la réponse du modèle. De plus, même en présence d'écrouissage isotrope, la matrice d'interaction aurait été *a priori* assimilée à une matrice identité (i.e. on ne considère que l'auto-écrouissage). En effet, Hanriot (Hanriot, 1993) considère pour l'AM1 une matrice d'interaction diagonale (Hanriot, 1993). Elle a simulé une expérience d'écrouissage latent en considérant deux cas extrêmes :

1. Il n'y a pas d'interaction des systèmes de glissement entre eux : on considère uniquement l'auto-écrouissage.
2. On considère qu'il n'y a pas d'auto-écrouissage, et que l'interaction entre systèmes coplanaires est nulle.

Le résultat diffère peu dans ces deux cas, pour la valeur réelle de  $Q_{oct}$  à 650°C. Par ailleurs, la confrontation à l'expérience réalisée par Hoinard (Hoinard, 1992) sur le CMSX2 (compression à 2 % selon [001] puis traction selon [110]) montre que le cas 1 est plus réaliste que le cas 2, ce qui explique le choix d'une matrice d'interaction diagonale.

De plus, Nouailhas a montré sur le CMSX-2 à haute température (950°C) qu'il ne semble pas y avoir d'interaction sensible entre les systèmes de glissement, grâce à des essais de traction-torsion (Nouailhas *et al.*, 1993). Pour finir, nous n'avions pas à notre disposition d'essais d'écrouissage latent (Franciosi *et al.*, 1980) ou d'essais multiaxiaux, et réaliser de tels essais sortait des objectifs de l'étude. Une autre hypothèse pourrait être des problèmes expérimentaux. On dispose en effet de seulement deux essais cycliques dans cette orientation. Ils sont délicats à mener, car le monocristal est instable dans cette configuration propice au glissement simple. On constate cependant que le modèle de Fedelich, identifié pour le PWA1483 à 950°C, donne les mêmes résultats que notre modèle (rapport SOCRA D3.1 (Fedelich *et al.*, 2004)).

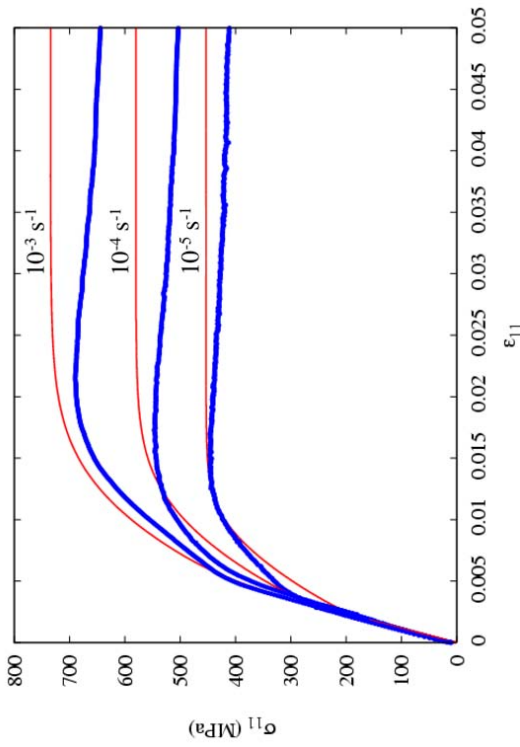


Figure 2.20: Essais de traction  $\langle 001 \rangle$  (n°1 à 3).

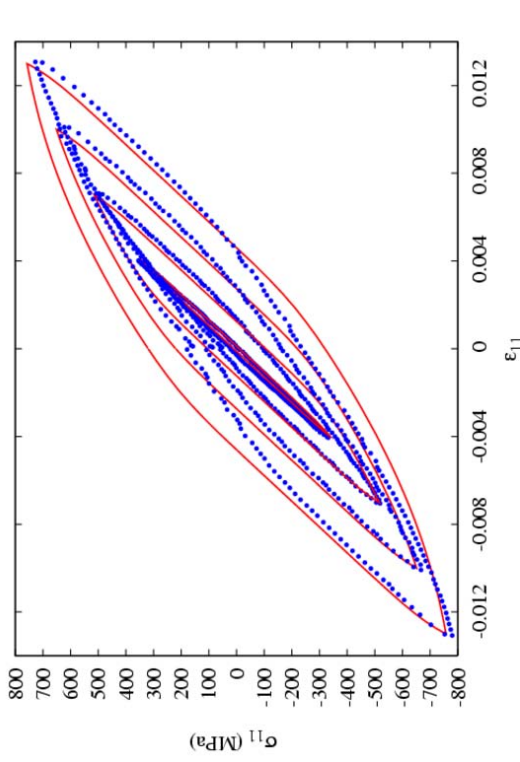


Figure 2.21: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°9 - cycles n°19,34,45,54.

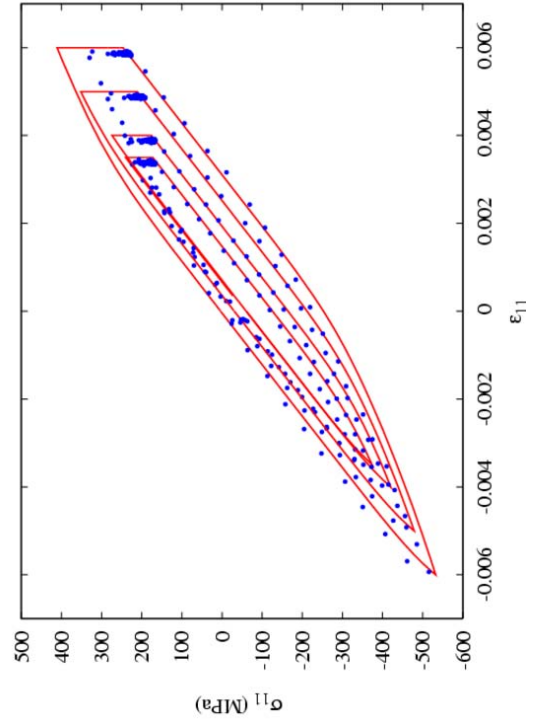


Figure 2.22: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°10 - cycles 6,12,18,21.

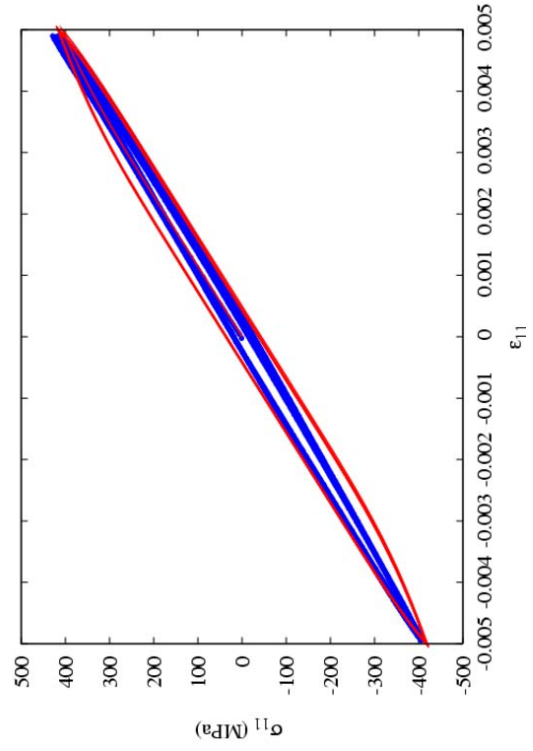


Figure 2.23: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°12 - tous les cycles.

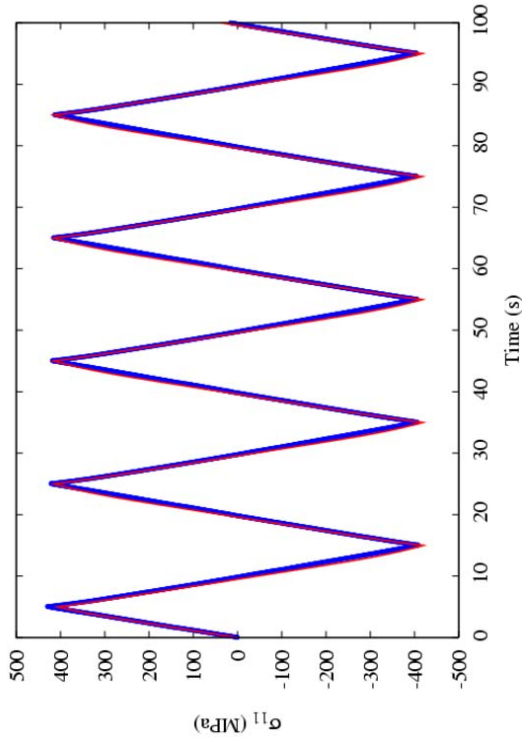


Figure 2.24: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°12 - 5 premiers cycles.

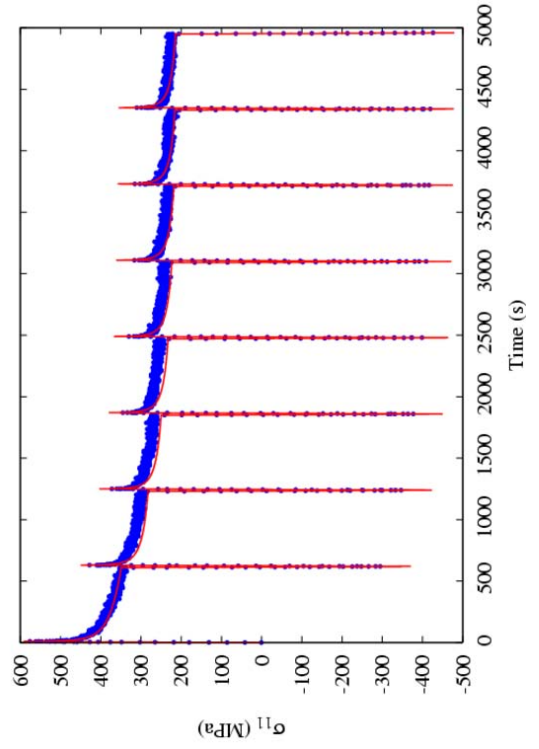


Figure 2.26: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°11 - 8 premiers cycles.

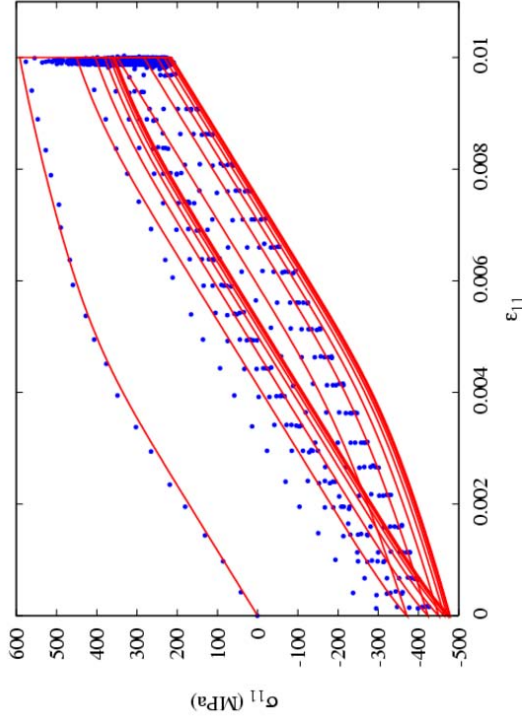


Figure 2.25: Essai cyclique  $\langle 001 \rangle$  n°11 - 8 premiers cycles.

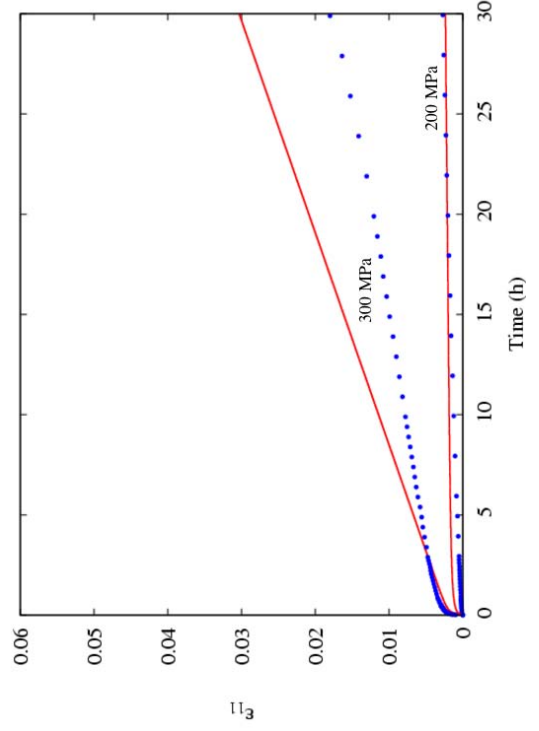


Figure 2.27: Essais de fluage  $\langle 001 \rangle$  n°18 et 19.

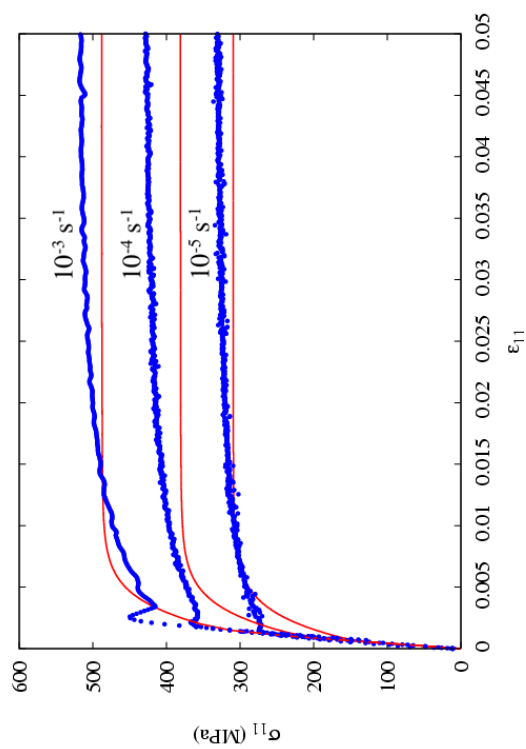


Figure 2.28: Essais de traction  $\langle 111 \rangle$  (n° 4 à 6).

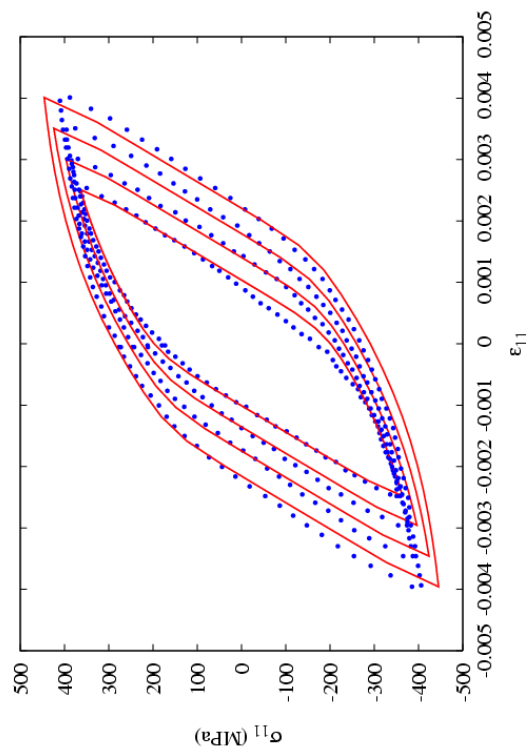


Figure 2.29: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n° 14 - cycles ° 4, 9, 14, 19.

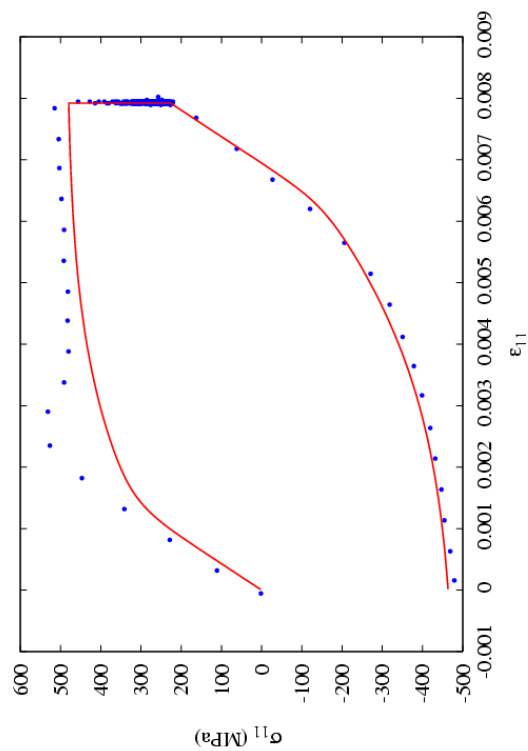


Figure 2.30: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n° 13 - cycle n° 1.

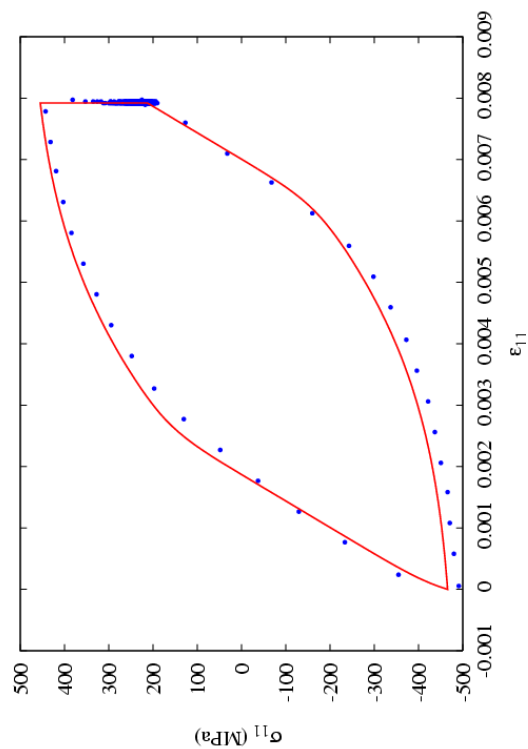


Figure 2.31: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n° 13 - cycle n° 9.

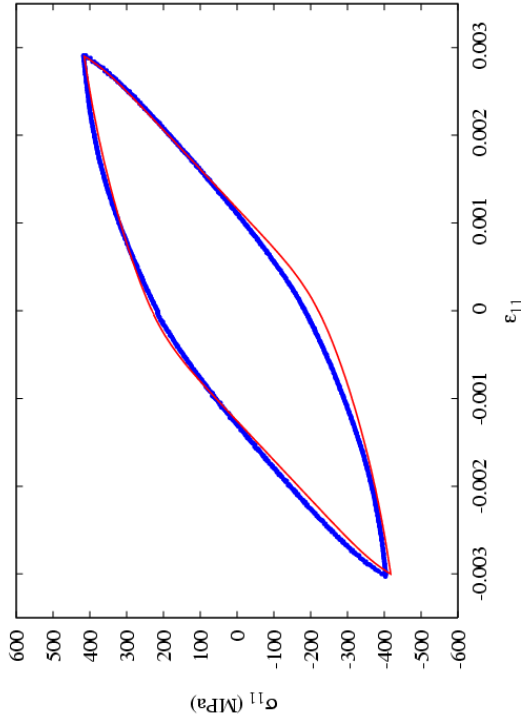


Figure 2.33: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n°15 - cycle n°3.

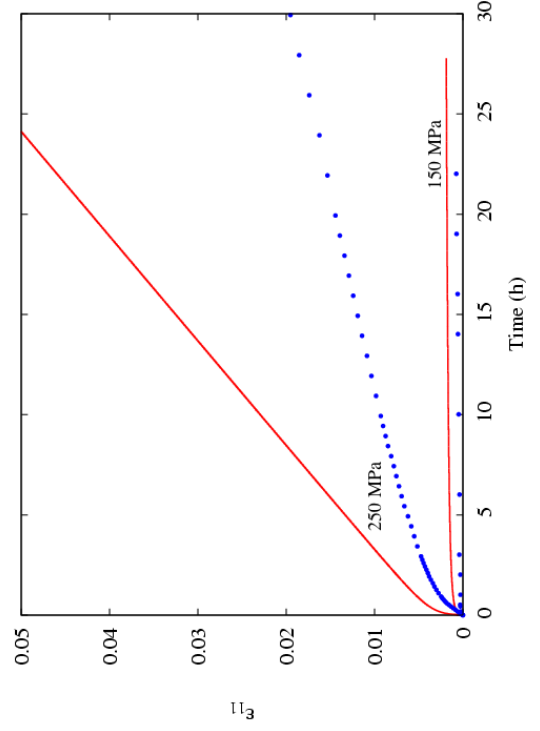


Figure 2.35: Essais de fluage  $\langle 111 \rangle$  n°20 et 21.

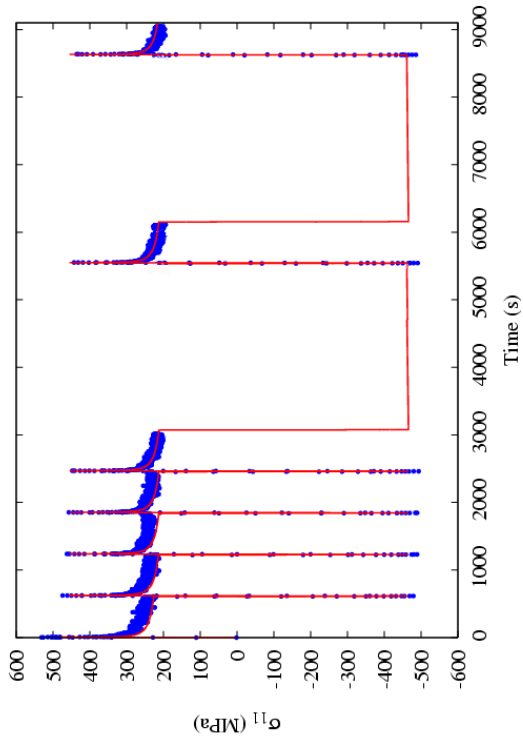


Figure 2.32: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n°13 - cycles n°1, 2, 3, 4, 5, 10 et 15.

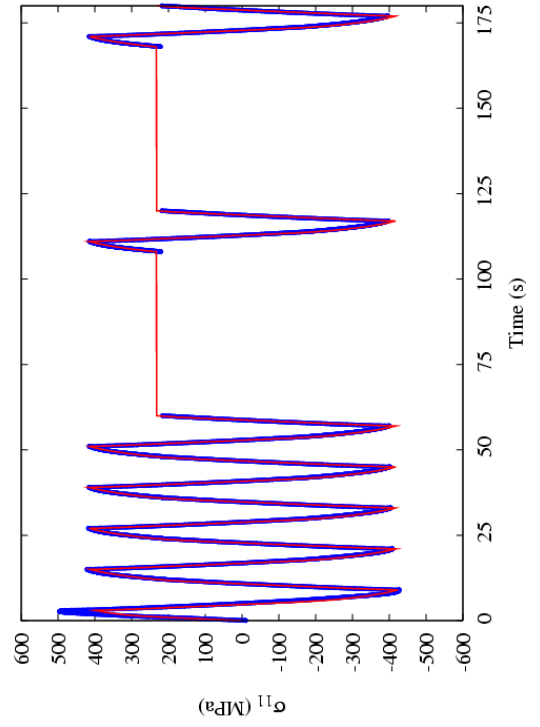


Figure 2.34: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n°15 - cycles n°1, 2, 3, 4, 5, 10 et 15.

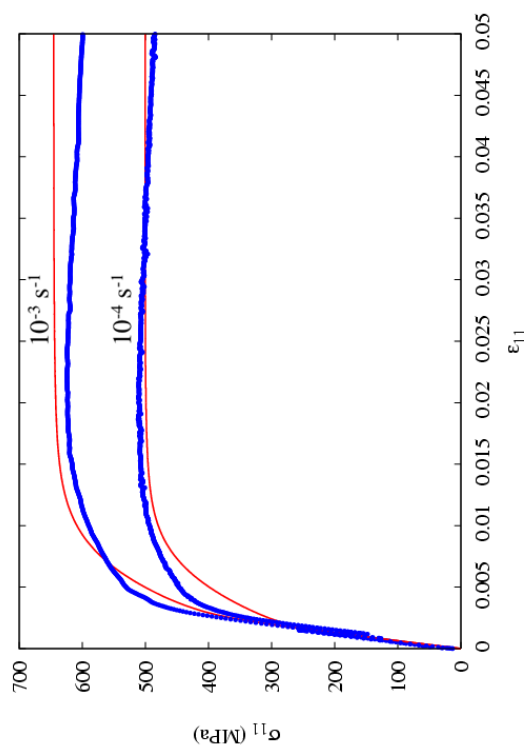


Figure 2.36: Essais de traction  $\langle 110 \rangle$  n°7 et 8.

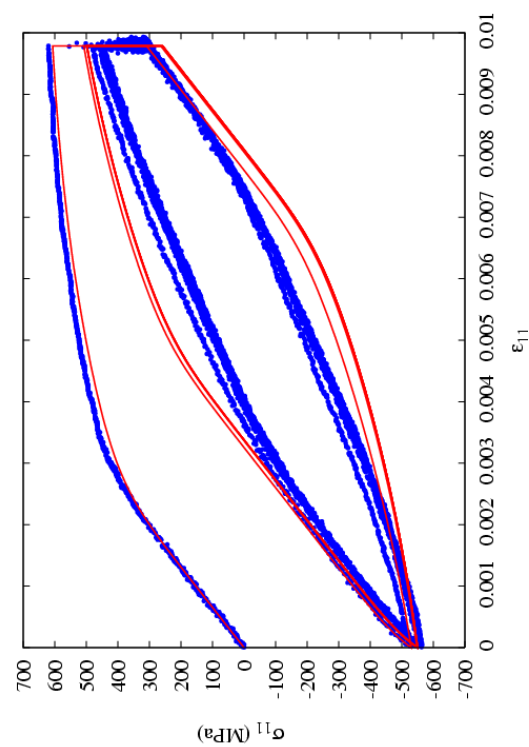


Figure 2.38: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°17 - tous les cycles.

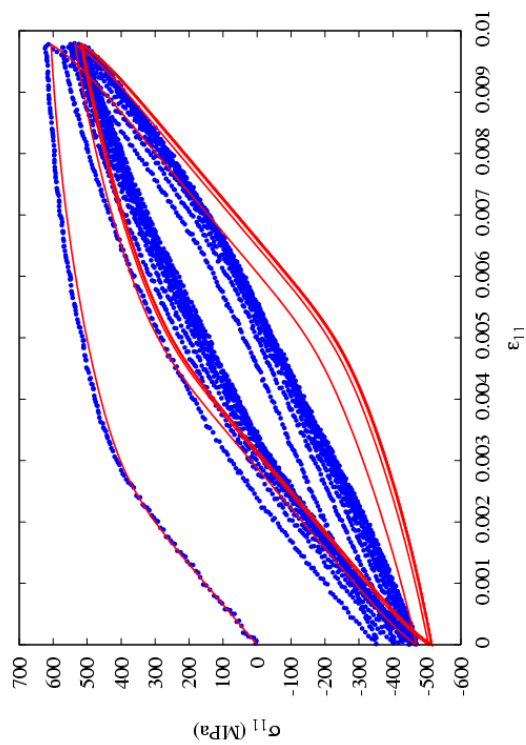


Figure 2.37: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°16 - tous les cycles.

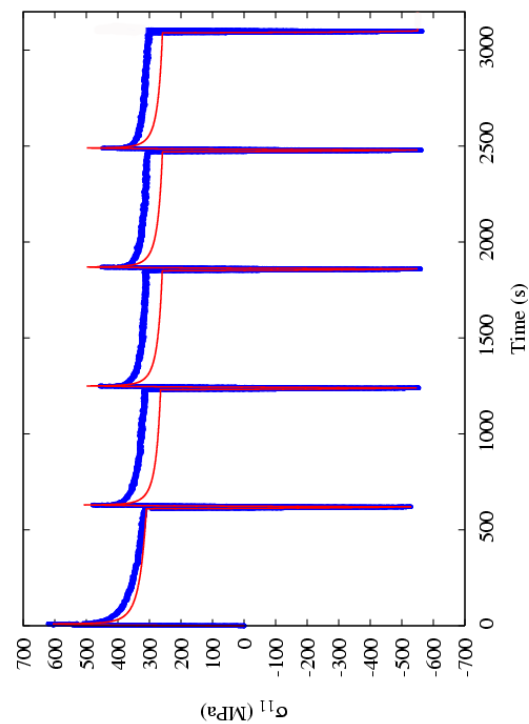


Figure 2.39: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°17 - 5 premiers cycles.

### 2.3.4 Comparaison avec d'autres modèles

Dans ce paragraphe, nous comparons nos résultats à ceux de Bernard Fedelich, qui a développé un modèle cristallographique micromécanique et effectué une identification des paramètres pour le PWA1483 à 950°C sur la même base de données que nous. On présente aussi le modèle de Cailletaud modifié par Levkovitch (Levkovitch, 2005) et identifié sur le CMSX-4 à 950°C.

#### 2.3.4.1 Modèle de Fedelich

Ce modèle est dérivé de celui de Cailletaud (Méric *et al.*, 1991). On ne décrit pas le modèle utilisé de façon détaillée, mais on s'intéresse à ses caractéristiques principales. Le lecteur intéressé trouvera plus d'informations dans les références suivantes : (Fedelich *et al.*, 2004; Fedelich *et al.*, 2006). Le modèle considère aussi les deux familles de systèmes de glissement octaédrique et cubique. La cission résolue sur les systèmes de glissement est calculée grâce à la loi de Schmid.

Une contrainte d'Orowan est calculée pour les systèmes octaédriques grâce à l'équation 2.14.

$$\tau^{Orowan} = \beta \frac{\mu b}{w} \quad (2.14)$$

$w$  est la largeur des couloirs de matrice  $\gamma$ ,  $\beta$  est un facteur correctif (qui prend en compte par exemple la fluctuation de la largeur des couloirs),  $\mu$  est égal à  $\mathbf{C}_{44}$  et  $b$  est la norme du vecteur de Burgers. Cette contrainte d'Orowan permet de tenir compte du phénomène de mise en radeau par l'intermédiaire de la variation de largeur de couloir  $w$  (cf. équations 2.25 et 2.26).

La loi d'écoulement n'est pas une loi de Norton, mais une loi thermiquement activée faisant appel à un sinus hyperbolique et à des paramètres microstructuraux tels que la contrainte d'Orowan et la densité de dislocations. De plus, la formulation de la loi d'écoulement diffère pour les systèmes octaédriques (équation 2.15) et cubiques (équation 2.16). En effet, on fait l'hypothèse dans ce modèle que le glissement cubique est engendré par le glissement octaédrique, ce qui apparaît à l'équation 2.18 par l'intermédiaire du terme  $v_i^o$ . L'utilisation d'une formulation en loi puissance dans le sinus hyperbolique permet une description plus fine du passage élastique-plastique. Par ailleurs, on constate que la formulation de l'écoulement pour les systèmes cubiques (équation 2.16) est classique.

$$\dot{\gamma}_g^o = \rho_g^o \sinh \left[ \frac{V_f^o}{kT} \tilde{\tau}_g \left\{ 1 - \left[ \frac{1}{1 + \left( \frac{\tilde{\tau}_g}{\tau^{Orowan}} \right)^n} \right]^{\frac{1}{n}} \right\} \right] \text{sign}(\tau_g^o - x_g^o) \quad (2.15)$$

$$\dot{\gamma}_g^c = \rho_g^c \sinh \left[ \frac{V_f^c \langle |\tau_g^c - x_g^c| - r_0^c \rangle}{kT} \right] \text{sign}(\tau_g^c - x_g^c) \quad (2.16)$$

où  $\tilde{\tau}_g = |\tau_g^o - x_g^o|$ .  $k$  est la constante de Boltzmann,  $T$  la température absolue,  $\rho_g$  la densité de dislocations sur le système  $g$ ,  $V_f^i$  le volume d'activation associé à la famille de systèmes  $i$  et  $x_g^i$  est la variable scalaire associée à l'écoulement cinématique.

L'adoucissement isotrope est obtenu grâce à l'augmentation de la densité de dislocations avec le glissement plastique cumulé. La variation de densité de dislocations pour les systèmes octaédriques est décrite par l'équation 2.17. Pour les systèmes cubiques, la densité de dislocations dépend du glissement octaédrique cumulé  $\nu_i^o$ , comme on peut le voir dans l'équation 2.18.

$$\rho_g^o = \rho_0^o + (\rho_\infty^o - \rho_0^o) \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\nu_g^o}{b^o} \right) \right] \quad (2.17)$$

$$\rho_g^c = \rho_0^c + (\rho_\infty^c - \rho_0^c) \sum_{i=1}^{12} \epsilon_{gi} \left[ 1 - \exp \left( -\frac{\nu_i^o}{b^c} \right) \right] \quad (2.18)$$

où  $\epsilon_{gi}$  est un terme qui permet de tenir compte uniquement des systèmes qui ont le même vecteur de Burgers. Si  $g$  et  $i$  ont des vecteurs de Burgers différents, alors  $\epsilon_{gi} = 0$ , sinon  $\epsilon_{gi} = 1$ . Les termes cinématiques scalaires  $x_g^o$  et  $x_g^c$  ont la même formulation et sont calculés à partir de variables cinématiques tensorielles  $\mathbf{X}^o$  et  $\mathbf{X}^c$  (équation 2.19 illustrant l'écroissage sur les systèmes octaédriques mais valable aussi pour les systèmes cubiques).

$$x_g^o = \mathbf{n}_g^o \cdot \mathbf{X}^o \cdot \mathbf{m}_g^o \quad (2.19)$$

La variable force  $\mathbf{X}^o$  dépend de la variable interne tensorielle  $\mathbf{\alpha}^o$  comme on peut le voir dans l'équation 2.20.

$$\mathbf{X}^o = c^o \mathbf{\alpha}^o \quad (2.20)$$

où  $c^o$  est une constante.

L'évolution de  $\mathbf{\alpha}^o$  dépend de tous les systèmes octaédriques par l'intermédiaire de la variable interne  $\alpha_g^o$  associée à chaque système  $g$  (équation 2.21).

$$\dot{\mathbf{\alpha}}^o = \frac{1}{2} \sum_{g=1}^{12} (\mathbf{n}_g^o \otimes \mathbf{m}_g^o + \mathbf{m}_g^o \otimes \mathbf{n}_g^o) \dot{\alpha}_g^o \quad (2.21)$$

L'évolution de  $\alpha_g^o$  est décrite par l'équation 2.22. Le terme  $\dot{\nu}_g^o g^o(x_g^o)$  est un terme de rappel dynamique classique (cf. équation 2.9). Le terme  $h^o(x_g^o)$  est un terme de restauration statique (équivalent au terme  $\omega$  de l'équation 2.9).

$$\dot{\alpha}_g^o = \dot{\gamma}_g^o - \dot{\nu}_g^o g^o(x_g^o) - h^o(x_g^o) \quad (2.22)$$

Les termes de rappel ont la même formulation pour les systèmes octaédriques et cubiques. Ils expriment à nouveau le fait que les mécanismes sont thermiquement activés (équation 2.23 pour le terme dynamique et 2.24 pour le terme statique).

$$g^o(x) = d^o \sinh \left[ \frac{V_d^o x}{kT} \right] \quad (2.23)$$

$$h^o(x) = h^o \sinh \left[ \frac{V_s^o x}{kT} \right] \quad (2.24)$$

où  $g^o$  et  $h^o$  sont des constantes indépendantes de la température.  $V_d^o$  et  $V_s^o$  sont des volumes d'activation.

Une des spécificités intéressantes de ce modèle est la prise en compte des conséquences de la mise en radeau sur le comportement mécanique d'une manière similaire à celle utilisée par (Espíe, 1996). Le phénomène de mise en radeau augmente la contrainte d'Orowan en réduisant la largeur  $w$  des couloirs de matrice. Celle-ci varie linéairement entre  $w_0$  et  $w_\infty$  grâce à un paramètre  $\lambda$  ( $0 \leq \lambda \leq 1$ ) (équation 2.25). La loi d'évolution de  $\lambda$  est donnée dans l'équation 2.26. On voit qu'elle dépend de la norme de la contrainte interne  $\mathbf{X}^o$ . Ceci traduit la dépendance de la mise en radeau vis-à-vis du chargement, et plus particulièrement l'influence



des segments de dislocations laissés lors du glissement sur les systèmes octaédriques dans la matrice  $\gamma$ .

$$w = w_0(1 - \lambda) + w_\infty \lambda \quad (2.25)$$

$$\dot{\lambda} = f_{raft} \exp\left(-\frac{Q_{raft}}{kT}\right) \|\mathbf{X}^o\| (1 - \lambda) \quad (2.26)$$

On valide la capacité du modèle à prédire des changements de microstructure en simulant le chargement suivant : une contrainte constante de 150 MPa est appliquée sur une éprouvette à 950°C jusqu'à obtenir une déformation de fluage de 0,5 %. Puis un essai de traction à vitesse de déformation constante est effectué à la même température. On compare cette simulation à celle d'un essai de traction simple (à la même vitesse de déformation). On constate que le modèle de Cailletaud original ne prévoit pas de modification de la courbe de traction lorsque la charge constante a été appliquée (figure 2.40 a), alors que le modèle de Fedelich prévoit une différence (figure 2.40 b), ce qui est conforme aux expérimentations effectuées sur du SRR99 et aux résultats de la littérature (cf. section 2.1.2.5).

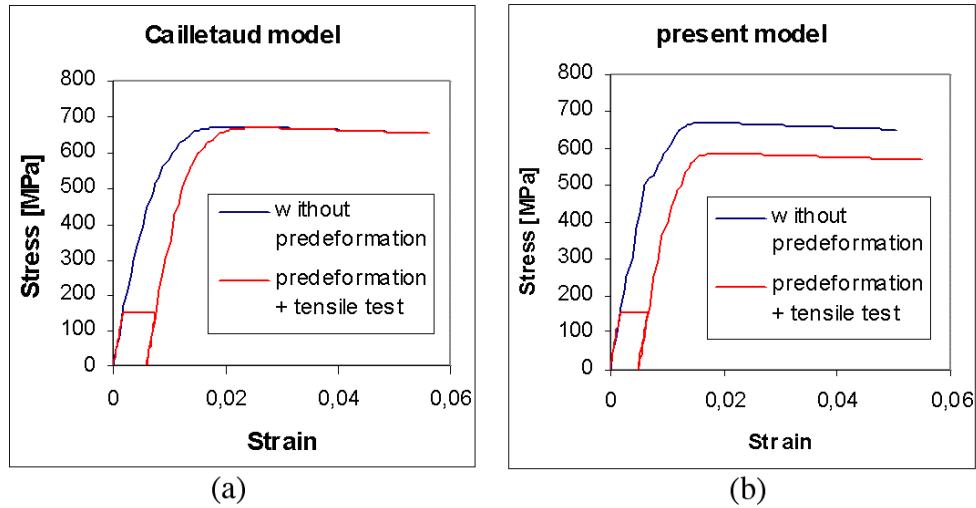


Figure 2.40: Influence d'une déformation initiale à haute température. (a) Modèle de Cailletaud. (b) Modèle de Fedelich.

Les résultats d'identification sur le PWA1483 à 950°C sont présentés sur les figures 2.41 à 2.52 <sup>1</sup>.

### Orientation <001>

Les tractions sont très bien décrites, mieux qu'avec notre modèle (figure 2.20). Le modèle de Fedelich parvient à décrire l'adoucissement grâce à la multiplication des dislocations : schématiquement, pour que  $\dot{\gamma}_g^o$  reste constante alors que  $\rho_g^o$  augmente, il faut que  $\bar{\tau}_g^o$  diminue (voir aussi la relation d'Orowan, équation 2.33, dans la section 2.3.4.2). L'essai cyclique sans maintien n°9 (figure 2.42) est assez bien décrit ; le résultat est proche du nôtre (figure 2.21, cycle 54). Les boucles contrainte-déformation en présence d'un temps de maintien ressemblent à celles que nous avons obtenues (figure 2.22), avec notamment la même surestimation de la

<sup>1</sup> Attention, les couleurs sont inversées par rapport à notre identification. Ici : bleu=simulation, rouge=essai.

contrainte maximale. Sur l'essai n°11 (avec temps de maintien, à  $\Delta\epsilon$  constant) la description de la relaxation cyclique est pourtant excellente (figure 2.43). Elle est cependant bonne aussi avec le modèle de Cailletaud original (figure 2.26). La grosse différence réside dans le fluage, qui est très bien décrit par le modèle de Fedelich (figures 2.27 et 2.44).

### **Orientation $\langle 111 \rangle$**

La description des tractions n'est très bonne pour aucun des deux modèles (figures 2.28 et 2.45). L'écroutissage est trop rapide dans les deux cas. Le modèle original offre même de meilleurs résultats puisque la contrainte atteint un niveau de saturation, alors que le modèle de Fedelich prévoit un adoucissement qui n'a pas lieu. Les essais cycliques purs (n°14 et 15) sont bien décrits (pour l'essai 14 : figure 2.29 cycle 4 et figure 2.46). Pour l'essai n°15, la simulation obtenue avec le modèle original semble même meilleure (figures 2.33 et 2.47). Encore une fois, le fluage est par contre beaucoup mieux décrit par le modèle de Fedelich (figures 2.35 et 2.47).

### **Orientation $\langle 110 \rangle$**

Les tractions sont bien décrites par les deux modèles (figures 2.36 et 2.49). Pour les essais cycliques, la similitude des résultats obtenus est remarquable (figures 2.37 et 2.50 pour l'essai 16 sans maintien ; figures 2.38 et 2.51 pour l'essai 17 avec temps de maintien). Les deux modèles donnent des boucles beaucoup plus larges qu'elles ne le sont réellement, comme cela a été évoqué à la section 2.3.3.2. De même, les modèles prévoient une relaxation nettement supérieure à ce qu'elle est réellement (figures 2.39 et 2.52).

Pour conclure, le modèle de Fedelich (Fedelich *et al.*, 2004; Fedelich *et al.*, 2006) est basé sur une description fine des mécanismes de déformation des superalliages monocristallins, tout en conservant le principe de changement d'échelle via les systèmes de glissement initié par Cailletaud (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991). Il permet une meilleure description des essais de traction ainsi que des essais de fluage. Cependant, la réponse cyclique n'est pas meilleure que celle obtenue avec le modèle de Cailletaud, malgré le nombre de paramètres plus important (25 paramètres viscoplastiques contre 18). Ceci est aussi vrai pour les essais qui comportent un temps de maintien (de 10 minutes). L'avantage principal du modèle de Fedelich réside dans sa capacité à prendre en compte le changement de morphologie de la microstructure  $\gamma - \gamma'$  (mise en radeau). Les résultats de l'identification du modèle de Fedelich à 850°C montrent que les volumes d'activation dépendent de la température. Ils auraient dû être identiques puisque les mécanismes de déformation sont a priori semblables à 850°C et 950°C. C'est pourquoi des développements supplémentaires permettant de clarifier ce point sont prévus.

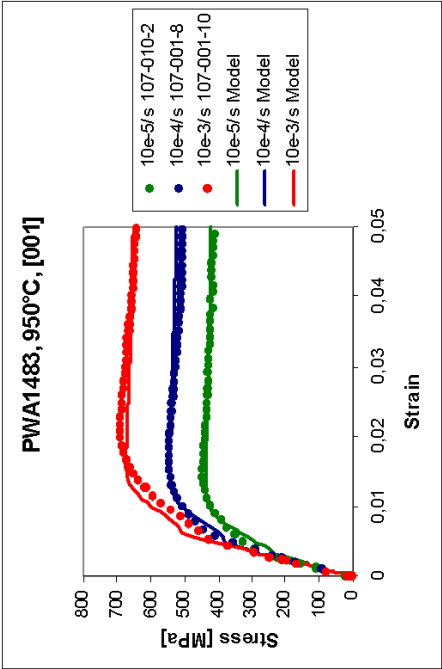


Figure 2.41: Essais de traction <001> (n°1 à 3)

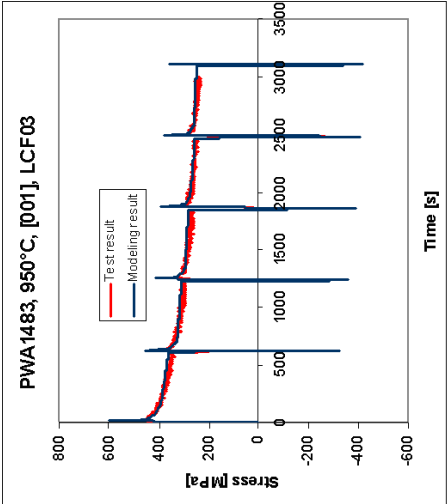


Figure 2.43: Essai cyclique <001> n°11 - 5 premiers cycles.

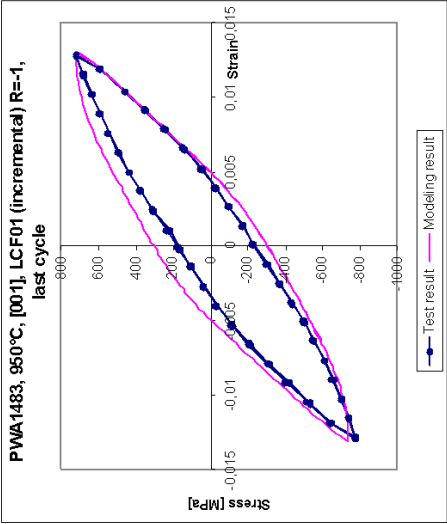


Figure 2.42: Essai cyclique <001> n°9 - cycle n°54

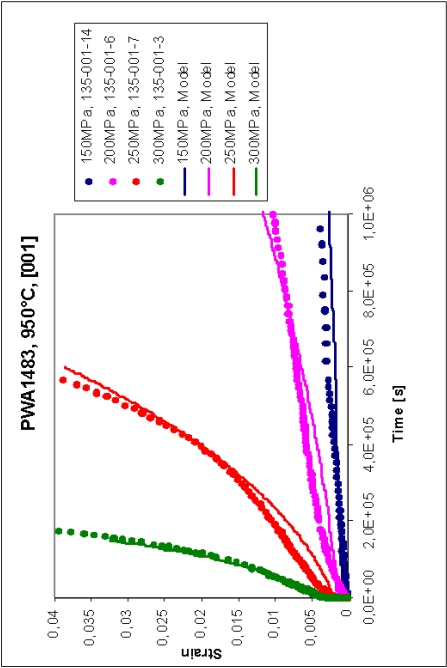


Figure 2.44: Essais de fluage <001>, y compris essais n°18 (rose) et 19 (vert).

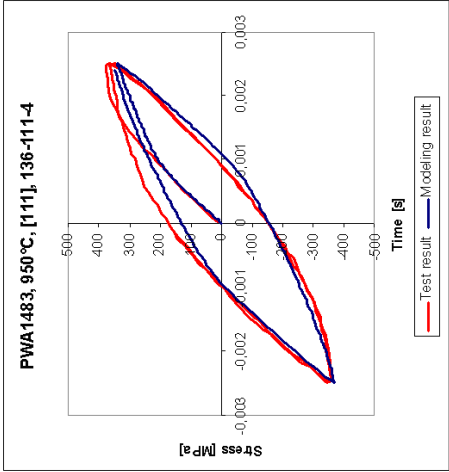


Figure 2.46: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n°14 - premier cycle

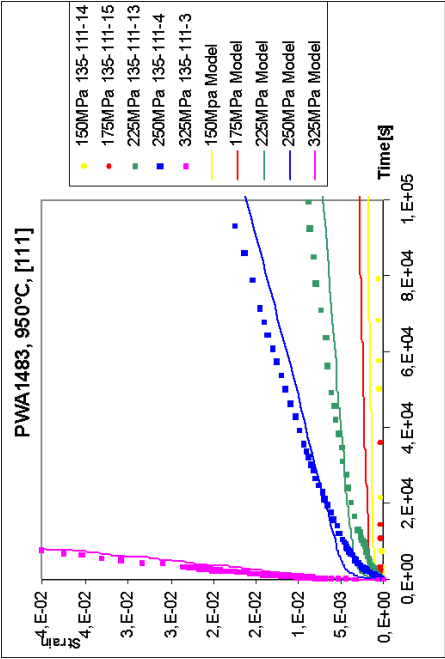


Figure 2.48: Essais de fluage  $\langle 111 \rangle$ , y compris essais n°20 (jaune) et 21 (bleu)

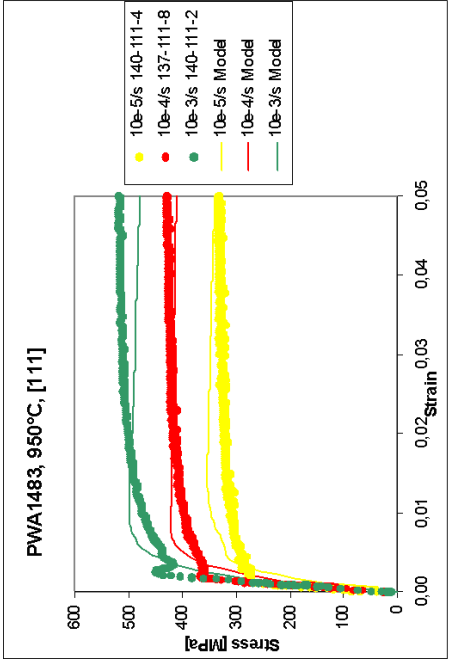


Figure 2.45: Essais de traction  $\langle 111 \rangle$  (n°4 à 6)

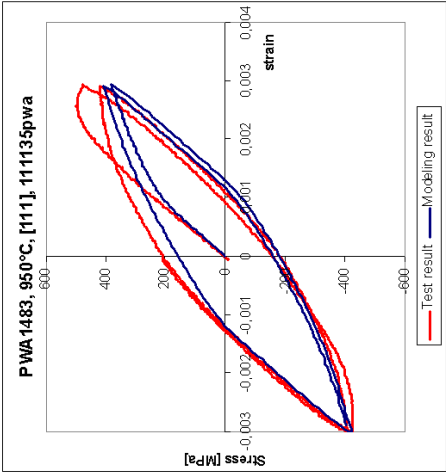


Figure 2.47: Essai cyclique  $\langle 111 \rangle$  n°15 - premier cycle

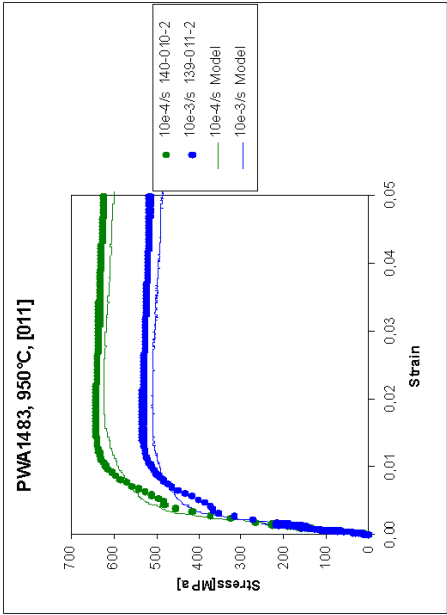


Figure 2.49: Essais de traction  $\langle 110 \rangle$  n°7 et 8

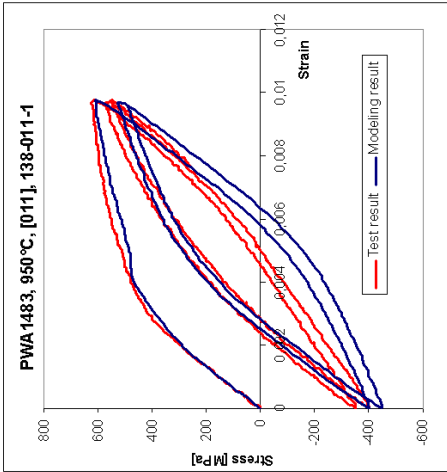


Figure 2.50: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°16 - premiers cycles

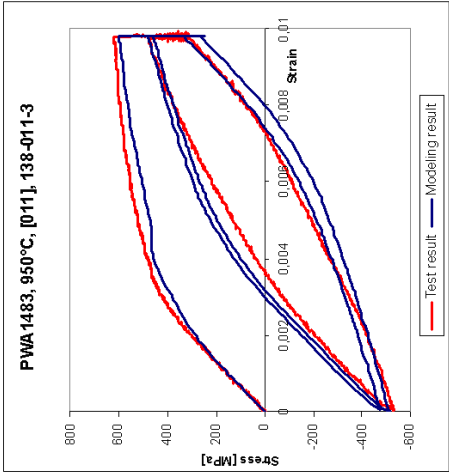


Figure 2.51: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°17 - premiers cycles

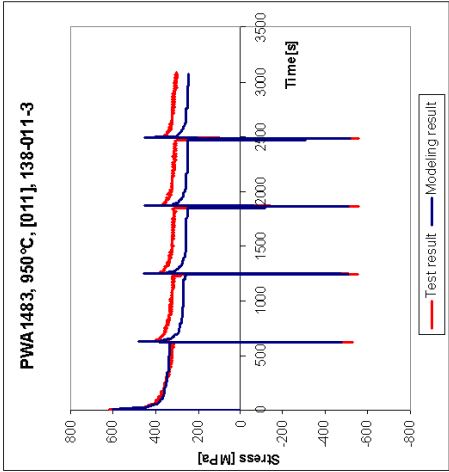


Figure 2.52: Essai cyclique  $\langle 110 \rangle$  n°17 - 5 premiers cycles

### 2.3.4.2 Modèle de Levkovitch

Dans sa thèse (Levkovitch, 2005), Levkovitch présente un modèle de comportement dérivé de celui de Cailletaud, et identifié sur le CMSX-4 à 950°C (alliage de seconde génération, contenant 2,8 % en masse de rhénium). Ce modèle fait l'objet d'un article soumis à *International Journal of Fatigue*. Il présente trois modifications principales par rapport au modèle de Cailletaud :

- L'écrouissage cinématique est modifié de façon à ce que la valeur à saturation  $\frac{c}{d}$  dépende de la déformation plastique cumulée ;
- La loi d'écoulement est modifiée pour tenir compte de la dépendance de l'adoucissement à la vitesse de déformation ;
- Une interaction entre familles de systèmes de glissement est introduite au niveau de l'écrouissage isotrope.

L'équation 2.27 reprend la loi d'écoulement proposée par Méric et Cailletaud (équation 2.7) en écrivant l'écrouissage isotrope  $r^s = r_0^s + r'^s$  :

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r_0^s - r'^s}{k} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (2.27)$$

La contrainte  $x^s$  qui traduit les effets cinématiques a une formulation un peu différente de celle exposée préalablement (on ne montre que la forme intégrée pour un chargement symétrique isotherme) :

$$x^s = \pm \frac{1}{\Phi(\nu^s)} \frac{c}{d} (1 - \exp(\mp d\gamma^s)) \quad (2.28)$$

où  $\Phi(\nu^s)$  est une fonction qui permet de tenir compte du fait que la limite à saturation  $\frac{c}{d}$  dépend de la déformation plastique cumulée <sup>2</sup>.

$$\Phi(\nu^s) = \Phi_{sat} + (1 - \exp(-\omega\nu^s)) \quad (2.29)$$

L'écrouissage isotrope  $r'^s$  ne considère que l'auto-écrouissage :

$$r'^s = Q (1 - \exp(-b\nu^s)) \quad \text{avec} \quad \dot{\nu}^s = |\dot{\gamma}^s| \quad (2.30)$$

Les résultats d'essais de traction selon  $\langle 001 \rangle$  sur le CMSX-4 à 950°C montrent un phénomène intéressant d'adoucissement dépendant de la vitesse de déformation, pour les trois orientations cristallographiques  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (figure 2.53). Aux basses vitesses (par ex.  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), l'adoucissement est faible, alors qu'il est très net aux vitesses de déformations supérieures (par ex.  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ).

Levkovitch propose de décrire l'adoucissement avec l'écrouissage isotrope  $r'^s$ . Mais il modifie l'équation 2.27 en faisant intervenir  $r'^s$  au dénominateur de la loi d'écoulement, afin de décrire la dépendance de l'adoucissement vis-à-vis de la vitesse de déformation (équation 2.31). Cette formulation de la loi d'écoulement avait déjà été proposée par Lemaitre et Chaboche (Lemaitre et Chaboche, 1985).

$$\dot{\gamma}^s = \left\langle \frac{|\tau^s - x^s| - r_0^s}{k + r'^s} \right\rangle^n \text{sign}(\tau^s - x^s) \quad (2.31)$$

Si l'on définit la cisssion résolue effective  $\tau_{eff}^s$  comme  $\tau_{eff}^s = |\tau^s - x^s| - r_0^s$ , on peut écrire la loi d'écoulement modifiée ainsi :

---

<sup>2</sup>Le terme  $\omega$  de l'équation 2.29 n'a pas de rapport avec le terme de restauration statique  $\omega$  de l'équation 2.11.

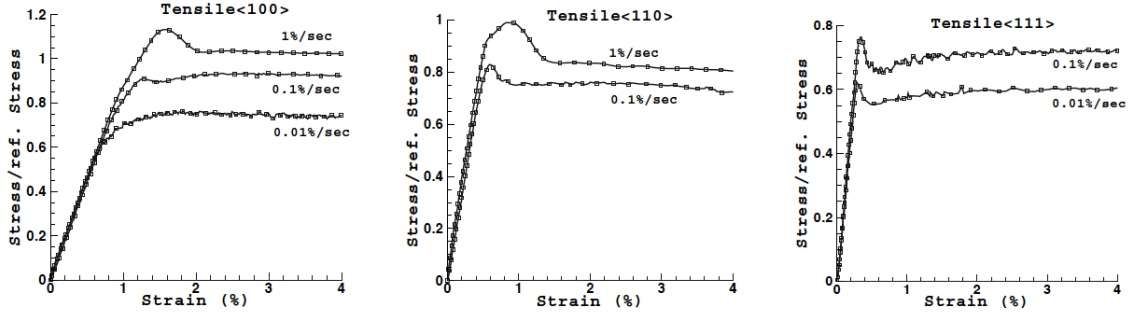


Figure 2.53: Aperçu de la dépendance de l'adoucissement vis-à-vis de la vitesse de déformation sur du CMSX-4 à 950°C (Levkovitch, 2005)

$$\dot{\gamma}^s = \tau_{eff}^n [k + r'^s(\nu^s)]^{-n} \quad (2.32)$$

Ce qui est une forme particulière de la relation générale d'Orowan :

$$\dot{\gamma} = v(\tau_{eff}) \rho(\nu) b \quad (2.33)$$

où  $v$  est la vitesse des dislocations mobiles (qui dépend de la contrainte effective  $\tau_{eff}$ ),  $\rho$  est la densité de dislocations mobiles (qui dépend de la déformation plastique cumulée  $\nu$ ) et  $b$  leur vecteur de Burgers.

Si l'on compare les équations 2.32 et 2.33, on constate que le fait que l'écrouissage isotrope devienne négatif nécessite que la contrainte effective  $\tau_{eff}$  diminue pour que  $\dot{\gamma}^s$  reste constante. Au niveau de la relation d'Orowan, cela signifie que la vitesse des dislocations diminue, d'où une augmentation de la densité de dislocations  $\rho(\nu)$ . Ainsi le phénomène d'adoucissement rapide dépendant du temps peut être expliqué par la multiplication du nombre de dislocations mobiles sur les systèmes activés.

Si l'on s'intéresse aux mécanismes de déformation, on s'aperçoit que la multiplication des dislocations a des conséquences supplémentaires. En effet, comme on l'évoque dans la section 2.1.2.3 sur le glissement cubique, les systèmes cubiques considérés dans le modèle de Cailletaud sont des systèmes macroscopiques. En réalité, le glissement des dislocations sur un système cubique dans la matrice  $\gamma$  correspond à du glissement dévié en zig-zag sur deux systèmes octaédriques (Bettge et Österle, 1999). La création de nouvelles dislocations sur les systèmes octaédriques durant l'adoucissement augmente le nombre de dislocations susceptibles de glisser en zig-zag. Ceci facilite le glissement cubique et engendre un adoucissement sur les systèmes cubiques. Inversement, un adoucissement sur un système cubique cause un adoucissement sur les deux systèmes octaédriques sur lesquels se produit le glissement dévié. On a donc un phénomène d'interaction entre systèmes cubiques et octaédriques que Levkovitch se propose de modéliser. Considérons deux systèmes de glissement 1 et 2 interagissant. Si l'on s'intéresse à l'influence du système 1 sur le système 2, on peut exprimer la contribution supplémentaire du système 1 à l'écrouissage total du système 2 grâce au terme  $q_{1 \rightarrow 2}$  qui est égal à :

$$q_{1 \rightarrow 2} = h_{12} r'_1 \quad (2.34)$$

où  $h_{12}$  est un paramètre qui permet d'ajuster l'intensité de l'action de 1 sur 2 et  $r'_1$  est l'auto-écrouissage du système 1, dont la loi d'évolution est :

$$\dot{r}'_1 = b_1 (Q_1 - r'_1) \dot{\nu}_1 \quad (2.35)$$

Dans le cas où le système 1 est moins actif que le système 2, on peut assister à une saturation rapide de l'auto-écrouissage  $r'_2$  du système 2 à sa valeur  $Q_2$ , alors que le terme  $q_{1 \rightarrow 2}$  continue à décroître, ce qui prolonge l'adoucissement et fausse le résultat. Levkovitch fait donc l'hypothèse que l'influence de 1 sur 2 cesse lorsque l'auto-écrouissage du système 2 a atteint sa valeur de saturation  $Q_2$ . On remplace alors la variable  $r'_1$  par  $r'_{1 \rightarrow 2}$  dont l'évolution est la suivante :

$$\dot{r}'_{1 \rightarrow 2} = b_2 (Q_2 - r'_{1 \rightarrow 2}) \dot{\nu}_1 \left[ \frac{Q_2 - r'_2}{Q_2} \right] \quad (2.36)$$

La contribution du système 1 à l'écrouissage total du système 2 est alors :

$$q_{1 \rightarrow 2} = h_{12} r'_{1 \rightarrow 2} \quad (2.37)$$

Comme nous l'avons mentionné précédemment, on considère l'interaction de deux systèmes octaédriques avec un système cubique, les trois ayant la même direction de glissement. Il y a six triplets de ce type dans un monocristal CFC. Deux paramètres d'interaction de type  $h_{12}$  suffisent à modéliser les interactions évoquées : un paramètre pour caractériser l'influence du système cubique sur les systèmes octaédriques et un deuxième paramètre pour quantifier l'influence d'un système octaédrique sur le système cubique.

Les résultats d'identification sont présentés sur les figures 2.54 à 2.58.

#### **Orientations $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (figures 2.54 et 2.55)**

On constate que les tractions sont très bien décrites, grâce à la modification de la loi d'écoulement et à l'écrouissage isotrope négatif. Le fluage est lui aussi bien simulé, notamment grâce à l'introduction d'un terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique. On note cependant que les niveaux de contrainte sont très élevés et on peut se demander quel serait le résultat dans le cas de contraintes moins élevées (une faible valeur de  $x$  implique une faible possibilité de relaxation de la contrainte). La réponse cyclique est excellente dans les deux directions, mais des résultats à des niveaux de déformation plus élevés auraient été intéressants, ainsi qu'une comparaison avec un essai d'écrouissage cyclique. Cela aurait notamment permis de tester l'utilité de l'introduction de la fonction  $\Phi(\nu^s)$  au niveau de l'écrouissage cinématique. Des chargements plus complexes ont été appliqués sur des éprouvettes  $\langle 100 \rangle$  (figure 2.56). Le modèle présente ici aussi de bons résultats, même si les relaxations durant les temps de maintien sont perfectibles.



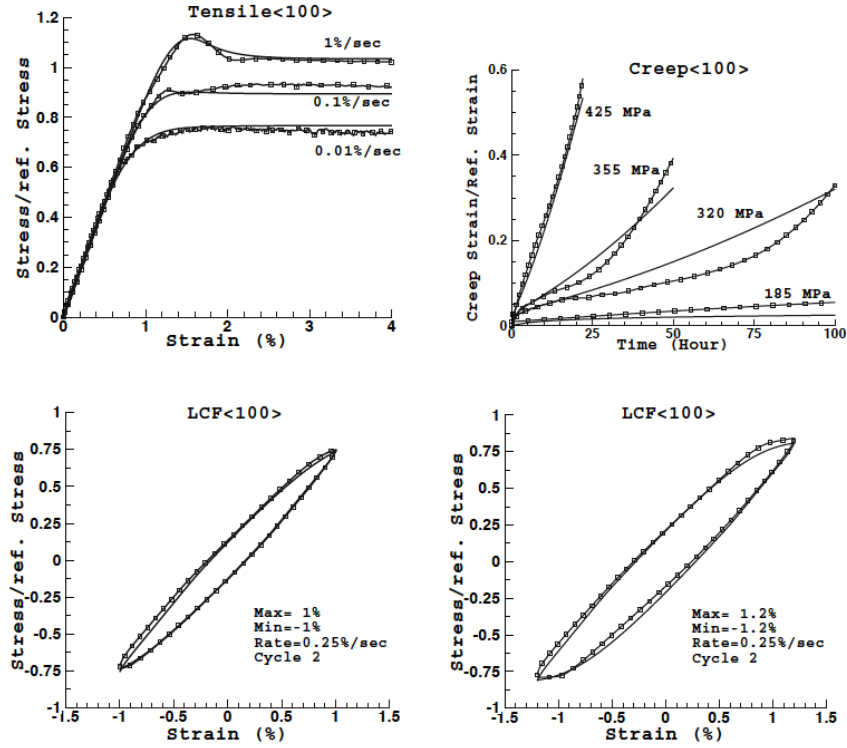


Figure 2.54: Résultats de simulation <001> avec le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005).

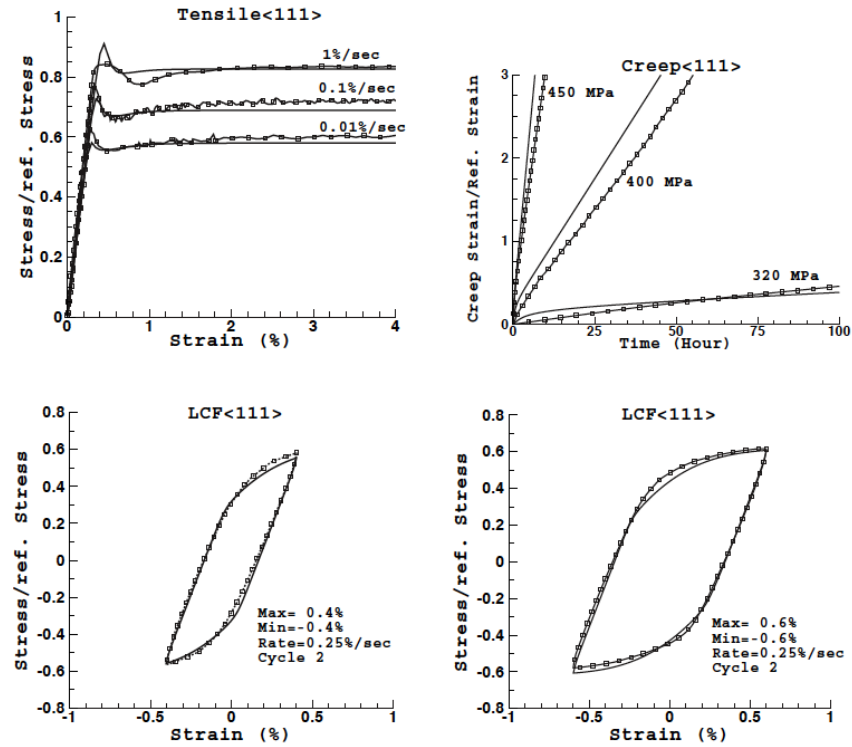


Figure 2.55: Résultats de simulation <111> avec le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005).

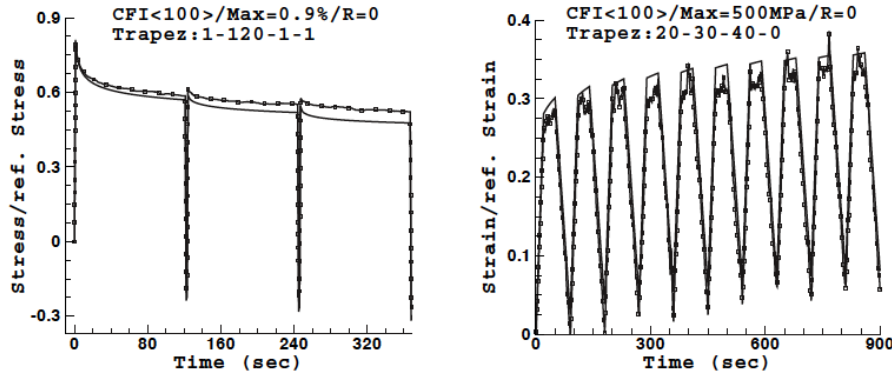


Figure 2.56: Résultats de simulation d'essais complexes  $\langle 001 \rangle$  avec le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005).

### Orientation $\langle 110 \rangle$

Cette orientation est intéressante car le facteur de Schmid est assez proche sur les systèmes octaédriques et cubiques. On peut donc bien voir les interactions éventuelles entre familles de systèmes. Comme le montre la figure 2.57, l'absence d'interaction donne un résultat moyen, où la contrainte est surestimée par rapport à l'expérience. Par contre, si l'interaction entre systèmes octaédriques et cubiques évoquée précédemment est introduite, les résultats en traction sont très bons (figure 2.58). On constate cependant que les résultats de simulation d'essais cycliques sont moins bons que pour  $\langle 001 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$ . Mais ils sont meilleurs que ceux obtenus sur le PWA1483 avec le modèle de Cailletaud classique (figures 2.36 à 2.39) ou avec le modèle de Fedelich (figures 2.49 à 2.52). Il serait intéressant d'implanter le modèle de Levkovitch dans ZéBuLoN afin de vérifier si l'on obtient aussi de bons résultats pour le PWA1483 orienté  $\langle 110 \rangle$ .

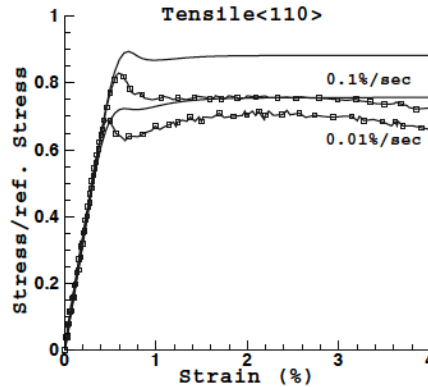


Figure 2.57: Résultats de simulation d'essais de traction  $\langle 110 \rangle$  avec le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005), sans prise en compte de l'interaction entre systèmes cubiques et octaédriques.

## 2.4 Conclusions du chapitre 2

Dans ce chapitre, nous avons fait une synthèse des mécanismes de déformation des monocristaux de superalliages à base de nickel, en partant des connaissances sur les monocristaux CFC monophasés. Nous avons essayé d'expliquer l'état de l'art des mécanismes de fluage, de

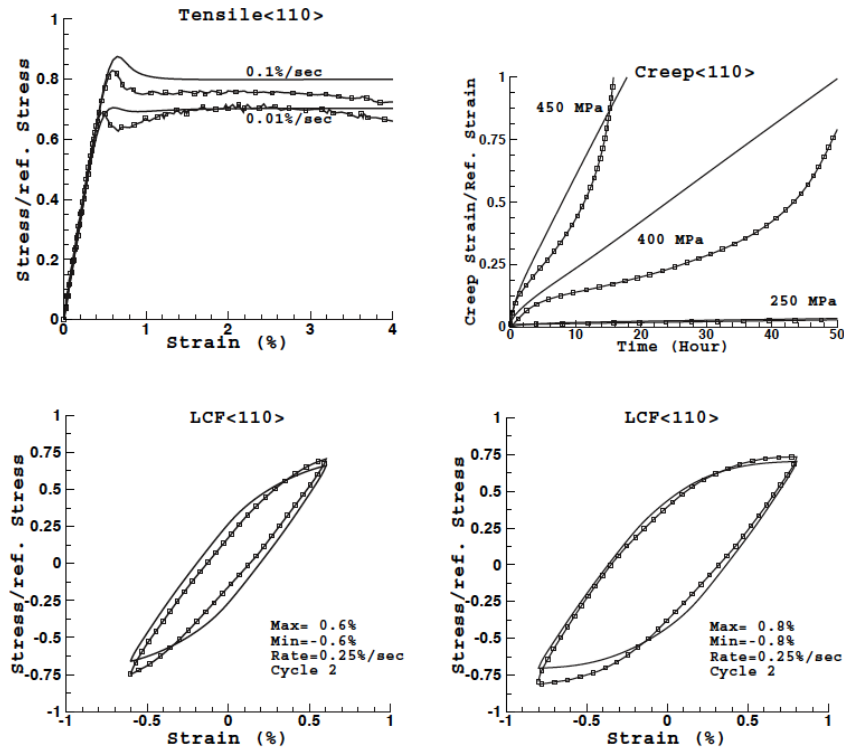


Figure 2.58: Résultats de simulation  $\langle 110 \rangle$  avec le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005), avec prise en compte de l'interaction entre systèmes cubiques et octaédriques.

déformation par glissement cubique et de changement possible de morphologie de la micro-structure.

Ensuite, nous avons présenté le modèle de Cailletaud (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991) utilisé pour modéliser le comportement du superalliage PWA1483 à haute température. Nous avons choisi d'utiliser la version originale du modèle de Cailletaud, qui fait appel à une loi d'écoulement de Norton avec seuil. Nous avons introduit un terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique non linéaire afin de décrire correctement la relaxation de contrainte durant les temps de maintien. Comme on peut le voir sur les figures 2.20 à 2.39, ce modèle offre de bons résultats en dépit d'un nombre réduit de paramètres.

Pour porter un regard critique sur les résultats que nous avons obtenus, on a comparé ce modèle à deux modèles dérivés de celui de Cailletaud. Le modèle de Fedelich (Fedelich *et al.*, 2004; Fedelich *et al.*, 2006) décrit de manière plus fine les mécanismes physiques de déformation. Il présente des résultats très proches de ceux que nous avons obtenus, avec cependant une meilleure simulation des tractions et du fluage. Le modèle de Levkovitch (Levkovitch, 2005) présente quant à lui une formulation très proche de celle de Cailletaud, avec quelques améliorations comme la prise en compte de l'adoucissement qui apparaît sur les essais de traction. L'identification de ce modèle par Levkovitch sur du CMSX-4 à 950°C donne d'excellents résultats. Il serait intéressant de tester ce modèle sur le PWA1483 à 950°C.

Pour conclure, on peut dire que le modèle de Cailletaud identifié sur le PWA1483 à 950°C offre d'excellents résultats étant donné le nombre réduit de paramètres qu'il met en jeu. La qualité des simulations sous chargement cyclique avec temps de maintien permet d'utiliser ce modèle pour des simulations par éléments finis de propagation de fissure en fatigue et fatigue-fluage.



## Chapitre 3

# Caractérisation expérimentale de la propagation de fissure

### Sommaire

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>3.1</b> | <b>Revue bibliographique</b>                                   | <b>71</b>  |
| 3.1.1      | Eléments de mécanique de la rupture                            | 71         |
| 3.1.2      | Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage         | 77         |
| 3.1.3      | Fissuration des superalliages monocristallins à base de nickel | 83         |
| <b>3.2</b> | <b>Fissuration du PWA1483</b>                                  | <b>88</b>  |
| 3.2.1      | Effet de l'orientation cristallographique                      | 88         |
| 3.2.2      | Effet de la fréquence en fatigue                               | 89         |
| 3.2.3      | Effet d'un temps de maintien en traction                       | 93         |
| 3.2.4      | Effet de l'environnement                                       | 97         |
| 3.2.5      | Observation des chemins de fissuration                         | 97         |
| <b>3.3</b> | <b>Fissuration de l'AM1 bas soufre</b>                         | <b>104</b> |
| 3.3.1      | Effet de la fréquence en fatigue et effet d'environnement      | 104        |
| <b>3.4</b> | <b>Conclusions du chapitre 3</b>                               | <b>107</b> |

Ce chapitre présente les résultats des essais de fissuration menés à 950°C sur le PWA1483 et l'AM1 bas soufre. On commence par faire quelques rappels de mécanique de la rupture et des principaux phénomènes observés lors de la propagation de fissure en fatigue et fatigue-fluage, notamment dans les superalliages monocristallins. Puis on montre les résultats de propagation de fissure longue dans le PWA1483 et l'AM1 bas soufre en les regroupant par phénomène : effet de l'orientation de fissure, de la fréquence, d'un temps de maintien, et de l'environnement.

### 3.1 Revue bibliographique

#### 3.1.1 Eléments de mécanique de la rupture

Lorsque l'on étudie la propagation de fissure en fatigue, il est nécessaire de s'intéresser à la mécanique de la rupture, qui permet de caractériser les champs de contraintes, déplacements et déformations qui résultent de la présence d'une fissure dans une structure. Ce n'est pas la seule approche possible, puisque nous verrons qu'il existe depuis une vingtaine d'années "l'approche locale de la rupture". Mais la mécanique de la rupture est une discipline qui a

contribué de manière essentielle à l'amélioration de la fiabilité des structures. C'est d'ailleurs actuellement quasiment la seule approche efficace dans le domaine de la propagation de fissure en fatigue.

#### 3.1.1.1 Mécanique linéaire de la rupture

Le développement de la mécanique de la rupture s'est fait initialement à partir de l'étude de la rupture fragile des matériaux. On considère un matériau dont le comportement est linéaire élastique, d'où l'appellation "mécanique linéaire élastique de la rupture". Rappelons qu'on peut distinguer trois modes élémentaires de fissuration (cf. figure 3.1).

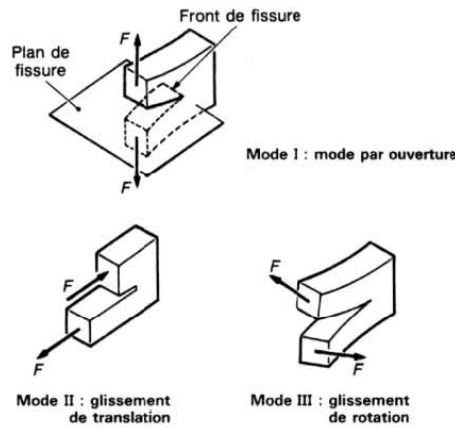


Figure 3.1: Modes de sollicitation d'une fissure (Engerand, 2000).

Au début des années 1920, les travaux fondateurs de Griffith (Griffith, 1921) sont de première importance pour l'étude de la fissuration des solides fragiles. Il adopte une approche énergétique (premier principe de la thermodynamique) pour estimer le moment où une fissure va se propager dans un matériau linéaire élastique. Il fait le lien entre l'énergie élastique stockée dans le matériau et l'énergie nécessaire pour créer une nouvelle surface. Ainsi, Griffith introduit le *taux de restitution d'énergie élastique*  $G$  comme :

$$G = -\frac{\partial \mathcal{P}}{\partial A} \quad (3.1)$$

où  $\mathcal{P}$  est l'énergie potentielle stockée dans le matériau et  $A$  est l'incrément de surface engendré par l'avancée de la fissure.

$G$  sert à poser un critère de propagation de fissure : il existe une valeur critique  $G_c$  au-delà de laquelle la fissure se propage. Cette valeur est liée notamment à l'énergie de surface du solide.

S'appuyant sur les travaux de ses prédécesseurs sur les concentrations de contraintes à proximité de défauts aigus, Irwin (Irwin, 1957) a montré que le premier terme du développement limité du champ des contraintes à proximité de la pointe d'une fissure dans un matériau linéaire élastique isotrope est le même pour tous les problèmes correspondant à un mode d'ouverture donné. Ce premier terme est connu à un facteur multiplicatif près  $K_\alpha$ , que l'on appelle *facteur d'intensité des contraintes*. La solution du champ de contraintes à proximité de la pointe de fissure est donc :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_\alpha}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^\alpha(\theta) + o\left(\frac{1}{\sqrt{r}}\right) \quad (3.2)$$

Le terme  $o\left(\frac{1}{\sqrt{r}}\right)$  regroupe des termes réguliers, qui ne sont pas négligeables loin de la fissure, mais qui tendent vers 0 lorsque  $r$  tend vers 0.

Dans le cas du mode  $I$ , plusieurs auteurs (Larsson et Carlsson, 1973; Rice, 1974) ont montré qu'il faut tenir compte d'un terme supplémentaire, dit "non-singulier", qui caractérise la géométrie de l'éprouvette. On a alors :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}^I(\theta) + T\delta_{ix}\delta_{jx} + o\left(\frac{1}{\sqrt{r}}\right) \quad (3.3)$$

L'omission de cette contrainte  $T$ , souvent appelée "T-stress", peut entraîner des erreurs importantes dans certains cas ; par exemple dans le cas des fissures courtes en fatigue ; des fissures soumises à des chargements mixtes pour lesquels les termes de cisaillement sont nettement plus grands que la contrainte de traction ; et des fissures courtes inclinées à un angle faible par rapport à la direction de sollicitation principale.

Nous allons maintenant nous intéresser exclusivement au mode  $I$  de fissuration, même si les fissures réelles se propagent suivant des modes multiples. Ce choix s'explique par le fait que nos éprouvettes sont dessinées pour générer une propagation en mode  $I$ . De plus, des phénomènes de frottement des lèvres de la fissure interviennent en mode  $II$  ou  $III$  et gênent la compréhension des mécanismes de propagation de fissure.

En mode  $I$ , le premier terme du développement limité des contraintes en coordonnées polaires  $(r, \theta)$  s'écrit :

$$\sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (3.4)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (3.5)$$

$$\sigma_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[\sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \quad (3.6)$$

$$\sigma_{zz} = \begin{cases} \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) & \text{en déformations planes} \\ 0 & \text{en contraintes planes} \end{cases} \quad (3.7)$$

Le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  décrit l'intensité des contraintes à l'avant de la pointe de la fissure et dépend donc de la contrainte appliquée à l'infini  $\sigma$ , de la longueur de la fissure  $a$ , et de la forme de la structure. Il s'écrit d'une manière générale :

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a} Y(a/w) \quad (3.8)$$

où  $Y$  est une fonction qui caractérise la géométrie de l'éprouvette et dépend du rapport  $a/w$ , où  $w$  est la longueur du ligament, constante.

Calculer le facteur d'intensité des contraintes consiste donc principalement à déterminer la forme de la fonction  $Y$ . Plusieurs méthodes existent pour calculer  $K$ . De nombreux ouvrages sont consacrés à la détermination analytique de l'expression du facteur d'intensité des contraintes pour des géométries simples. Il existe aussi des méthodes de superposition des

solutions, de fonction de poids, des méthodes expérimentales, des méthodes énergétiques et des méthodes numériques.

En élasticité linéaire isotrope, il existe une relation simple entre  $K$  et  $G$  :

$$G = \begin{cases} (1 - \nu^2) \frac{K_I^2}{E} & \text{en déformations planes} \\ \frac{K_I^2}{E} & \text{en contraintes planes} \end{cases} \quad (3.9)$$

Dans le cas de l'élasticité anisotrope, le lien entre  $K$  et  $G$  est plus complexe. Le livre de Liebowitz (Liebowitz, 1968) donne une relation dans le cas anisotrope. On donne un exemple de calcul de  $K$  à partir de la valeur de  $G$  grâce à cette formule dans l'annexe B. Le calcul "direct" du facteur d'intensité des contraintes dans un milieu anisotrope est possible, mais il requiert des développements mathématiques ardues (Azhdari *et al.*, 2000).

Dans le cas des éprouvettes CT (figure 1.7, chapitre 1), Strawley (Strawley, 1976) a utilisé la méthode des éléments finis pour calculer le facteur d'intensité des contraintes en mode d'ouverture pour un matériau isotrope. Cette formule est la formule de référence pour les éprouvettes CT selon l'ASTM :

$$K_I = \frac{(2 + \alpha)(0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4)}{(1 - \alpha)^{3/2}} \frac{P}{B\sqrt{w}} \quad (3.10)$$

où  $\alpha = a/w$ ,  $P$  est la force appliquée et  $B$  est l'épaisseur de l'éprouvette. Cette formule est valable pour  $0,2 \leq \alpha \leq 0,7$ .

Dans le cas des superalliages à base de nickel monocristallins, le matériau présente une anisotropie cubique. Nous avons donc cherché à savoir si cette formule était encore valable. On a ainsi effectué des calculs par éléments finis du facteur d'intensité des contraintes en utilisant la méthode proposée par Parks (Parks, 1974). Il s'agit d'une méthode par perturbation : pour un chargement donné, on impose un déplacement connu au noeud de la pointe de la fissure (ou à un contour déterminé autour de la pointe de fissure) et la variation d'énergie fournit le taux de restitution d'énergie  $G$  :

$$G = -\frac{1}{2} u^t \frac{d[K]}{dl} u \quad (3.11)$$

avec  $u^t$  le vecteur déplacements transposé du vecteur  $u$ , et  $[K]$  la matrice de rigidité des éléments concernés par la perturbation.

On montre un exemple d'utilisation de cette méthode dans l'annexe B. On y étudie l'influence de l'anisotropie sur le facteur d'intensité des contraintes.

#### 3.1.1.2 Mécanique non linéaire de la rupture

Dans la réalité, il est rarissime que le matériau cède sans être plastifié à la pointe de la fissure. Les méthodes et solutions présentées précédemment ont donc été adaptées pour traiter par exemple le cas de la rupture monotone des métaux. On traite d'abord du cas de la plasticité confinée, dans lequel la taille de la zone plastifiée est très inférieure à la longueur de la fissure, puis on parle de la plasticité étendue, qui a suscité le développement de la mécanique non linéaire de la rupture.



Dans le cas de la plasticité confinée, Irwin (Irwin, 1960) a étudié le cas d'une fissure dans un matériau au comportement élastique-plastique parfait. Il a pu déterminer la taille de la zone plastique  $r_p$ , connaissant la limite d'élasticité du matériau  $\sigma_y$  :

$$r_p = \frac{1}{n\pi} \left( \frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (3.12)$$

où  $n = 1$  en contraintes planes, et  $n = 3$  en déformations planes. On constate que la distribution des contraintes au-delà de la zone plastique est quasiment identique à la distribution des contraintes dans un matériau purement élastique où la longueur de fissure serait  $a + r_p$ . On en déduit que le facteur d'intensité des contraintes  $K$  demeure un outil pertinent en plasticité confinée, même si sa signification énergétique devient plus floue. En effet, il ne peut plus être relié à  $G$  par l'intermédiaire de la relation 3.9, puisque le taux de restitution d'énergie est défini pour les processus répondant au premier principe de la thermodynamique, alors que la plasticité est un phénomène irréversible.

Irwin a aussi montré que l'ouverture de fissure  $\delta$  (en anglais, *crack-tip opening displacement* ou CTOD) peut être relié au facteur d'intensité des contraintes et à deux paramètres matériau (le module d'Young  $E$  et la limite d'élasticité  $\sigma_y$ ) :

$$\delta \simeq \frac{K_I^2}{E \sigma_y} \quad (3.13)$$

L'existence d'une zone plastique cyclique a été mise en évidence tôt dans le cas des fissures de fatigue (Paris, 1960; Rice, 1967). Rice (Rice, 1967) a notamment montré que son rayon  $r_c$  est bien estimé par une expression analogue à 3.12 :

$$r_c = \frac{1}{n\pi} \left( \frac{\Delta K_I}{2\sigma_y} \right)^2 \quad (3.14)$$

Lorsque l'on sort des conditions de plasticité confinée, le facteur  $K$  ne permet plus de donner une bonne description du champ de contraintes à la pointe de la fissure. Rice et Cherepanov (Rice, 1968; Cherepanov, 1969) ont donc proposé dans les années 1960 un paramètre unique permettant de caractériser l'intensité des contraintes à la pointe d'une fissure dans un matériau élastoplastique soumis à un chargement monotone. Il s'agit d'une intégrale curviligne définie sur tout contour entourant la pointe de fissure :

$$J = \int_{\Gamma} \left( W dy - T \frac{\partial u}{\partial x} ds \right) \quad (3.15)$$

où  $\Gamma$  est le contour,  $W$  est la densité d'énergie de déformation,  $T$  est le vecteur contrainte en un point du contour  $\Gamma$  et  $u$  est le vecteur déplacement en ce point. Cette intégrale a des propriétés remarquables. Elle est notamment indépendante du contour choisi. Rice (Rice, 1968) a aussi montré que pour un matériau élastique linéaire,  $J$  est égale au taux de restitution d'énergie élastique  $G$ . Certains auteurs ont appliqué l'intégrale  $J$  avec succès aux chargements cycliques (intégrale  $J$  cyclique :  $J^c$  ou  $\Delta J$ ). Il faut cependant noter que cela s'oppose parfois aux bases théoriques sur lesquelles repose  $J$ . Ceci explique que dans certains cas l'utilisation de  $J$  en fatigue ne soit pas possible.

Plusieurs auteurs ont cherché des expressions analytiques pour décrire le champ de contraintes dans le domaine plastifié lorsque celui-ci devient grand. Dans le cas d'une sollicitation monotone, en considérant un comportement rigide plastique, on obtient le champ de Prandtl

(Prandtl, 1923; Francois *et al.*, 1993). Dans les années 60, en considérant un comportement élastique avec un écrouissage en loi puissance, Hutchinson, Rice et Rosengren (Hutchinson, 1968; Rice et Rosengren, 1968) ont proposé une formulation qui porte maintenant le nom de "champ H.R.R.". Les expressions des champs de déplacements, déformations et contraintes font appel à l'intégrale  $J$ , qui caractérise l'amplitude de la singularité. En ce qui concerne les monocristaux ductiles, une solution a été proposée par Rice (Rice, 1987) en 1987.

Dans le cas de la propagation de fissure en fluage pur, des paramètres macroscopiques ont aussi été développés pour décrire l'avancée de fissure. Soit une éprouvette fissurée que l'on charge de 0 à une charge constante suffisante pour engendrer des déformations inélastiques. Elle est constituée d'un matériau élastique-visqueux non linéaire. La vitesse de déformation en fluage obéit à une loi puissance que l'on peut écrire ainsi pour un matériau isotrope :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^c = \frac{3}{2} \dot{\epsilon}_y \left( \frac{\sigma_e}{\sigma_y} \right)^{n_c-1} \frac{s_{ij}}{\sigma_y} \quad (3.16)$$

où  $\dot{\epsilon}_{ij}^c$  est le tenseur des vitesses de déformation de fluage,  $\sigma_e$  est la contrainte équivalente au sens de Von Mises,  $s_{ij}$  est le déviateur des contraintes,  $\sigma_y$  est la limite d'élasticité, et  $\dot{\epsilon}_y$  et  $n_c$  sont deux coefficients. Il s'agit en fait de la formulation tridimensionnelle de la loi de Norton pour un matériau isotrope. On peut noter que cette équation établit une relation en loi puissance entre la vitesse de déformation inélastique et la contrainte, tout comme l'équation utilisée pour établir les champs H.R.R. faisait appel à une loi puissance pour établir le lien entre la déformation plastique et la contrainte.

Durant la traction, tant que le comportement est élastique, les contraintes augmentent fortement. Lorsque la limite d'élasticité est dépassée, une zone de fluage apparaît à la pointe de la fissure. Les contraintes sont alors relaxées dans cette zone qui s'étend. Tant que la zone affectée par le fluage est petite par rapport à la longueur de la fissure et à la taille de l'éprouvette, on peut parler de fluage confiné.  $K$  est alors un paramètre bien approprié pour décrire la propagation de fissure, puisque les champs de contraintes et de déformations sont principalement dûs à l'élasticité.

Lorsqu'on s'intéresse aux points très proches de la pointe de fissure, le fluage n'est plus négligeable, et les champs de contraintes, de déformations (de fluage) et de déplacements sont donnés par des formules de type H.R.R., en raison de l'analogie entre les lois de comportement considérées. L'amplitude de la singularité est donnée par un paramètre  $C(t)$  qui est une intégrale de contour analogue à  $J$  mais qui dépend du temps (Riedel et Rice, 1980). Cette intégrale  $C(t)$  est indépendante du contour dans la zone où le fluage domine. Avec la relation de comportement 3.16, on obtient :

$$C(t) = \int_{\Gamma} \left\{ \left( \frac{n_c}{n_c + 1} \right) \sigma_{ij} \dot{\epsilon}_{ij} dy - \sigma_{ij} n_j \frac{\partial \dot{u}_i}{\partial x} ds \right\} \quad (3.17)$$

Au bout d'un certain temps, le fluage devient prédominant par rapport à la singularité élastique. On a alors un état de fluage étendu et stationnaire. L'intégrale  $C(t)$  tend vers une valeur  $C^*$  qui ne dépend plus explicitement du temps, et qui est indépendante du contour  $\Gamma$  partout dans l'éprouvette. L'intégrale  $C^*$  est l'homologue de  $J$  en plasticité indépendant du temps :

$$C^* = \int_{\Gamma} \left( W^* dy - T \frac{\partial \dot{u}}{\partial x} ds \right) \quad (3.18)$$

où  $W^* = \int \sigma_{ij} d\epsilon_{ij}$  est la puissance de déformation et  $\dot{u}$  est la vitesse de déplacement. En suivant une hypothèse faite par Riedel et Rice (Riedel et Rice, 1980) (i.e. si l'on suppose que  $J$  calculée dans la zone où le fluage domine est égale à  $J$  calculée loin de la pointe de fissure), on peut écrire dans toutes les conditions de fluage la relation :

$$C(t) = \frac{1 - \nu^2}{(n_c + 1) E t} K^2 + C^* \quad (3.19)$$

Il est possible connaissant la longueur de fissure  $a$  de calculer  $C^*$  en mesurant la force appliquée  $P$  et la vitesse de déplacement des points d'application de la charge  $\dot{\Delta}$  (Riedel, 1987) ( $B$  est l'épaisseur de l'éprouvette) :

$$C^* = -\frac{\partial}{\partial a} \int (P/B) d\Delta \quad (3.20)$$

Il est important de distinguer la période pour laquelle le fluage est confiné de celle pour laquelle on a un fluage étendu. Pour cela, il est possible de calculer un temps de transition  $t_T$  grâce à l'équation 3.21 :

$$t_T = \frac{(1 - \nu^2) K^2}{(n_c + 1) E C^*} \quad (3.21)$$

La propagation de fissure en fatigue-fluage dans les matériaux à haute température est régie par des mécanismes qui sont à la fois dépendant du nombre de cycles et du temps. De plus, ces mécanismes interagissent le plus souvent. Suivant le ratio entre la durée du cycle  $t_c$  et le temps de transition de fluage  $t_T$ , le paramètre judicieux pour décrire la propagation sera plutôt  $J$  ou  $C(t), C^*$ . Souvent, un partitionnement de la vitesse de propagation de fissure est fait, en intégrant une part due à la fatigue et une due au fluage. On pourra trouver une bonne synthèse des modèles de mécanique de la rupture appliqués à la propagation de fissure en fatigue-fluage dans (Riedel, 1987). Néanmoins, il apparaît souvent que de tels modèles ont un domaine de validité restreint : plage de vitesse de propagation de fissure limitée, peu d'interactions avec l'environnement, conditions de chargement peu variées.

### 3.1.2 Propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage

Dans cette section, on résume les spécificités qui caractérisent la propagation de fissure en fatigue et en fatigue-fluage.

#### 3.1.2.1 Courbe de fissuration en fatigue

La propagation de fissure en fatigue dans les métaux est souvent caractérisée par trois stades (ou régimes) distincts, dans le repère  $da/dN - \Delta K$  (figure 3.2).  $K$  est bien approprié ici pour décrire les expériences de propagation de fissure en fatigue, car on reste le plus souvent dans le cadre de la plasticité confinée. Même si la taille de zone plastique devient non négligeable devant la taille de fissure, c'est une représentation conventionnelle qui permet de comparer les résultats. Le stade *I* est caractérisé par le début de la propagation de fissure, lorsque  $\Delta K$  est supérieur à une valeur seuil  $\Delta K_{th}$ . La vitesse de propagation de fissure augmente fortement avec  $\Delta K$ . Le mécanisme de propagation généralement observé dans ce régime est cristallographique : la fissure se propage par simple glissement sur des systèmes à l'intérieur d'un grain, ce qui donne un chemin en zig-zag (Forsyth, 1962).

Le stade *II* se distingue par l'augmentation linéaire de  $da/dN$  avec  $\Delta K$ . On l'appelle aussi "régime de Paris" car la vitesse de propagation de fissure suit la "loi de Paris" (Paris, 1964), décrite dans l'équation 3.22. Ce régime de propagation est souvent caractérisé par la présence de

stries de fatigue sur le faciès de rupture, qui est souvent plan dans les polycristaux (figure 3.3).

$$\frac{da}{dN} = C \Delta K^m \quad (3.22)$$

Le stade *III* de la propagation de fissure est caractérisé par une accélération très importante de la fissure, jusqu'à la rupture, quand  $K_{max}$  tend vers la ténacité du matériau  $K_c$ . On observe une superposition de modes de rupture statiques (clivage, coalescence de cavités) sur les modes d'endommagement de fatigue. C'est pourquoi la vitesse de propagation est fortement liée à la microstructure dans ce régime.

Dans ce manuscrit, on s'intéressera principalement au régime de Paris, et parfois au stade *I*.

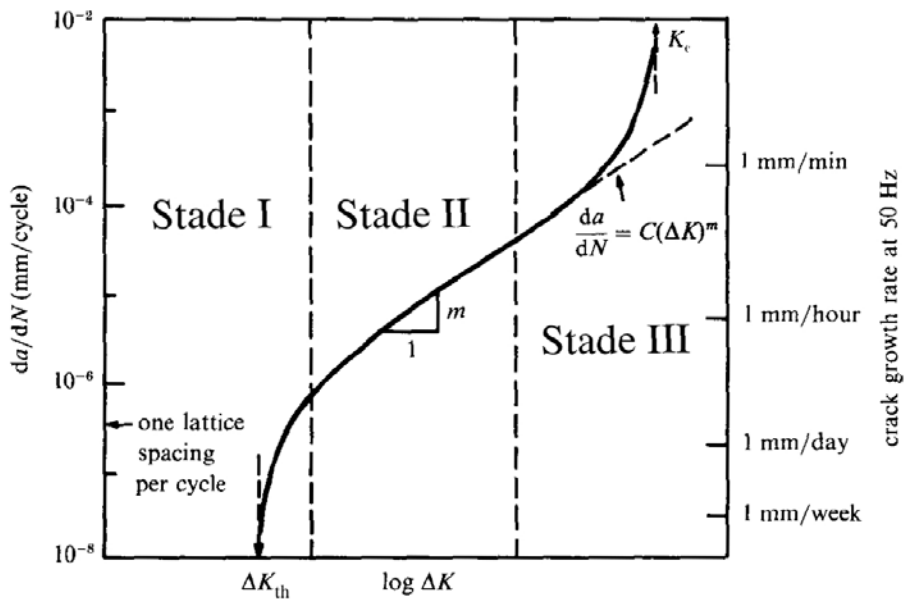


Figure 3.2: Schéma illustrant les trois stades de propagation stable d'une fissure de fatigue (Suresh, 1998).

La courbe phénoménologique 3.2 est souvent modifiée par plusieurs facteurs et notamment par l'environnement et le rapport de charge. Si l'environnement joue un rôle dans la propagation de fissure en fatigue, ses effets ne sont pas toujours identiques : tous les métaux ne présentent pas la même sensibilité à l'oxydation, suivant le rapport de charge, la fermeture de fissure peut éventuellement être accentuée par la formation d'une couche d'oxyde, le matériau peut être fragilisé par l'oxydation à la pointe de fissure, etc. Le rôle du rapport de charge ( $R = K_{min}/K_{max}$ ) est par contre mieux connu. Généralement, pour un  $\Delta K$  donné, la vitesse de propagation  $da/dN$  est plus grande quand le rapport de charge  $R$  est grand (figure 3.4).

Comme il suffit d'un plus petit  $\Delta K$  pour que  $K_{max}$  atteigne  $K_c$ , on observe généralement une rupture plus "précoce" dans le diagramme  $da/dN - \Delta K$  quand  $R$  est grand. Plusieurs auteurs ont proposé des formules semi-empiriques pour tenir compte de ce phénomène. La plus utilisée est celle de Forman (Forman *et al.*, 1967), qui est une modification de la loi de Paris :

$$\frac{da}{dN} = C_a \frac{\Delta K^{m_a}}{(1 - R)K_c - \Delta K} \quad (3.23)$$

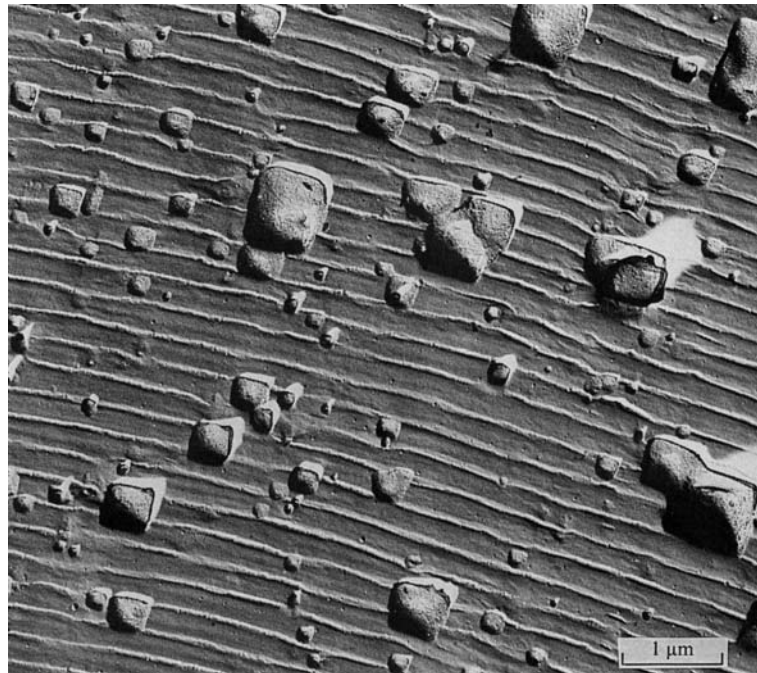


Figure 3.3: Stries de fatigue sur le faciès de rupture d'un aluminium 2024-T3 (Pelloux, 1969).

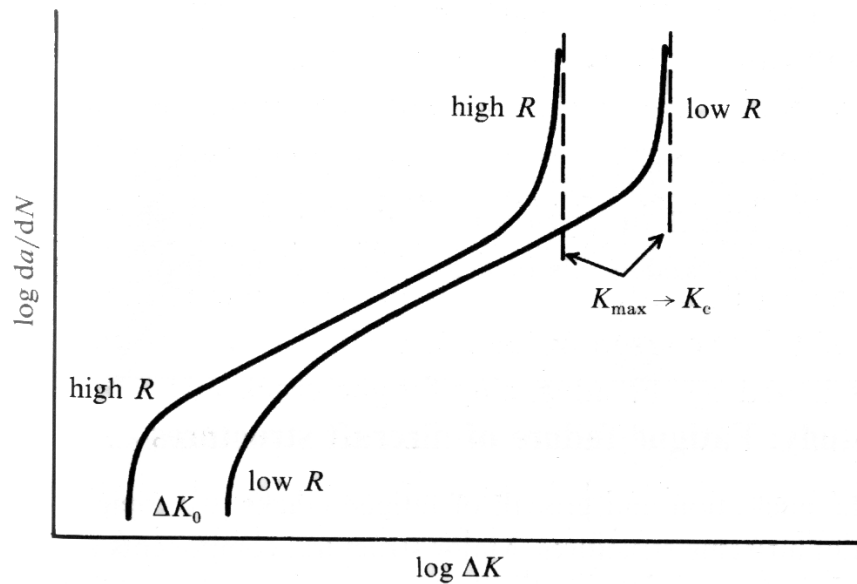


Figure 3.4: Schéma illustrant l'influence du rapport de charge  $R$  sur la propagation d'une fissure en fatigue (Suresh, 1998).

### 3.1.2.2 Phénomène de fermeture de fissure

En introduisant le facteur d'intensité des contraintes  $K$ , la mécanique linéaire de la rupture suppose que l'avancée de fissure peut être décrite uniquement par la distribution des contraintes en avant de la pointe de la fissure. Elber (Elber, 1970; Elber, 1971) a montré au début des années 1970 qu'il fallait aussi tenir compte des contraintes résiduelles laissées sur les lèvres par le sillage plastique. Il a pu montrer que dans le cas d'une fissure soumise à un chargement positif, la fermeture de la fissure intervient de manière prématurée lors du déchargement (figure 3.5). Ainsi, l'amplitude effective du facteur d'intensité des contraintes vaut  $\Delta K_{eff} = K_{max} - K_{ouv}$  qui est plus petit que  $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ . Ce mécanisme mis en évidence par Elber est nommé "fermeture induite par la plasticité". La fermeture de fissure peut avoir d'autres origines : rugosité des lèvres de la fissure, chemin de fissuration anguleux, oxydation, voire transformation de phase avec changement de volume (Suresh, 1998).

La fermeture de fissure induite par la plasticité est un phénomène important qui a été étudié par de nombreux auteurs (par exemple, (Fleck et Newman Jr., 1988; Wang *et al.*, 2003; Roychowdhury et Dodds, 2004)). Pendant longtemps on a pensé que l'effet de fermeture de fissure ne pouvait être observé qu'en contraintes planes, car les mesures étaient difficiles en déformations planes et que le mécanisme proposé par Elber n'avait pu être modélisé qu'en contraintes planes. Pourtant, plusieurs auteurs ont montré expérimentalement et numériquement (Fleck, 1986; Fleck et Newman Jr., 1988) qu'il existe aussi en déformations planes.

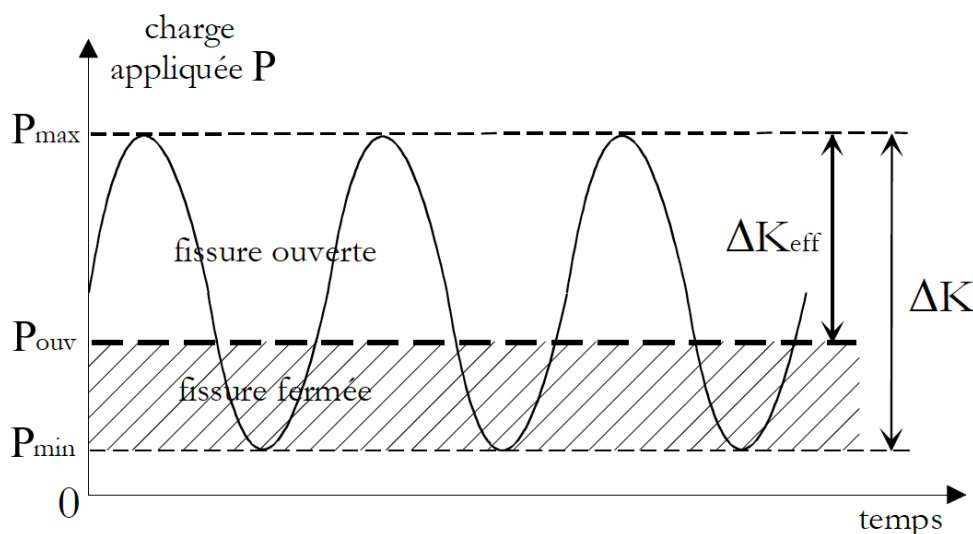


Figure 3.5: Schéma illustrant l'effet de fermeture de fissure, d'après (Sansoz, 2000).

La fermeture de fissure induite par l'oxydation est plus délicate à observer. Il est cependant nécessaire de s'y intéresser car les superalliages monocristallins à base de nickel peuvent s'oxyder de manière importante à haute température (cf. chapitre 4). Dès les années 1970, plusieurs auteurs (Paris *et al.*, 1972; Ryder et Lynch, 1977) ont évoqué la possibilité que la couche d'oxyde formée sur la surface de la fissure durant un cycle vienne interférer dans la fermeture de fissure. On sait maintenant que la fermeture de fissure induite par l'oxydation a un effet important sur la vitesse de propagation de fissure, notamment pour les faibles valeurs de  $\Delta K$  et de  $R$  (Suresh, 1998). Cet effet a notamment été montré sur les superalliages à base de nickel par (King, 1982; Yuen *et al.*, 1984). En effet, les faibles valeurs de  $\Delta K$  correspondent à des vitesses de propagation de fissure basses, ce qui implique un temps d'exposition important. Par ailleurs, cela implique aussi une faible ouverture à la pointe de fissure (CTOD) et la

couche d'oxyde est alors susceptible d'atteindre des épaisseurs proches de cette valeur (le faible rapport de charge contribue aussi à un CTOD petit, surtout à  $P_{min}$ ). Les premières mesures de l'influence de la couche d'oxyde sur le seuil de propagation de fissure en fatigue ont été faites par Suresh et Zamiski (Suresh *et al.*, 1981). Leurs mesures de couche d'oxyde par spectroscopie Auger sur de l'acier ont montré que la couche d'oxyde sur les lèvres de la fissure est beaucoup plus épaisse (de l'ordre de 20 fois) que sur une surface polie dans des conditions similaires. Dans un environnement oxydant, il existe un mécanisme de "fretting" qui se produit à la fermeture de fissure. Cette fermeture de fissure observée à faible  $\Delta K$  est due à la rugosité des surfaces et dans une moindre mesure à la fermeture induite par la plasticité. Ce mécanisme accélère fortement la croissance du film d'oxyde, qui atteint une épaisseur proche du CTOD et engendre alors de la fermeture induite par l'oxydation.

Il convient tout de même de préciser que cet effet apparemment bénéfique de l'oxydation n'est pas systématique. Il apparaît principalement dans certains régimes de propagation de fissure. D'autre part, il dépend fortement de la composition du matériau, de sa microstructure, mais aussi de l'environnement, de la température et de la fréquence de chargement. Les environnements oxydants sont aussi connus pour avoir des effets néfastes sur la propagation de fissure (par dissolution du métal, fragilisation par l'hydrogène, etc).

### 3.1.2.3 Fissures courtes et fissures longues

Comme nous l'avons précisé dans l'introduction, le projet SOCRAx porte sur la prise en compte de la propagation des fissures courtes pour améliorer les modèles de durée de vie. Une grande partie de la durée de vie des pièces est en effet passée dans la propagation de fissures "courtes", qui s'amorcent dans des zones de concentration de contraintes. Depuis que Pearson (Pearson, 1975) a mis en évidence le fait que des petites fissures (de taille inférieure à 0,5 mm) se propageaient beaucoup plus vite que des fissures longues à un  $\Delta K$  donné, ce type de fissure a été beaucoup étudié. Un peu plus tard, Suresh et Ritchie (Suresh et Ritchie, 1984) ont montré que la propagation des fissures courtes a lieu en-dessous du seuil de propagation déterminé avec les fissures longues. Ils ont aussi confirmé la vitesse de propagation plus élevée des "petites fissures"<sup>1</sup> à  $\Delta K$  donné, en montrant que cet effet est accru lorsque le chargement augmente (figure 3.6). On peut aussi noter que l'augmentation de la taille de grain a aussi pour effet d'accroître la vitesse de propagation des fissures courtes.

Suresh et Ritchie (Suresh et Ritchie, 1984) ont précisé la notion de petite fissure, en dénombrant quatre types de petites fissures :

- Les fissures "microstructuralement" petites : ce sont des fissures pour lesquelles la taille de fissure est comparable à l'échelle des caractéristiques microstructurales du matériau (taille de grain pour les polycristaux, taille de précipité ou taille de dendrite pour les monocristaux par exemple) ;
- Les fissures "mécaniquement" petites : ce sont celles dont la longueur est comparable à la taille de leur zone plastique en pointe de fissure, ou bien celles qui sont incluses dans la zone plastifiée engendrée par une entaille ou un trou ;
- Les fissures "physiquement" petites : ce sont les fissures qui sont plus grandes que les caractéristiques microstructurales du matériau ou que la taille de zone plastique, mais qui sont tout de même petites par rapport aux dimensions usuelles (i.e. qu'elles ont une longueur inférieure à un ou deux millimètres) ;

<sup>1</sup>On emploie ici indifféremment les termes "fissure courte" et "petite fissure", bien qu'il existe une nuance : les petites fissures sont des fissures 3D courtes dans toutes les directions, alors que les fissures courtes sont des fissures traversantes courtes dans leur unique direction.

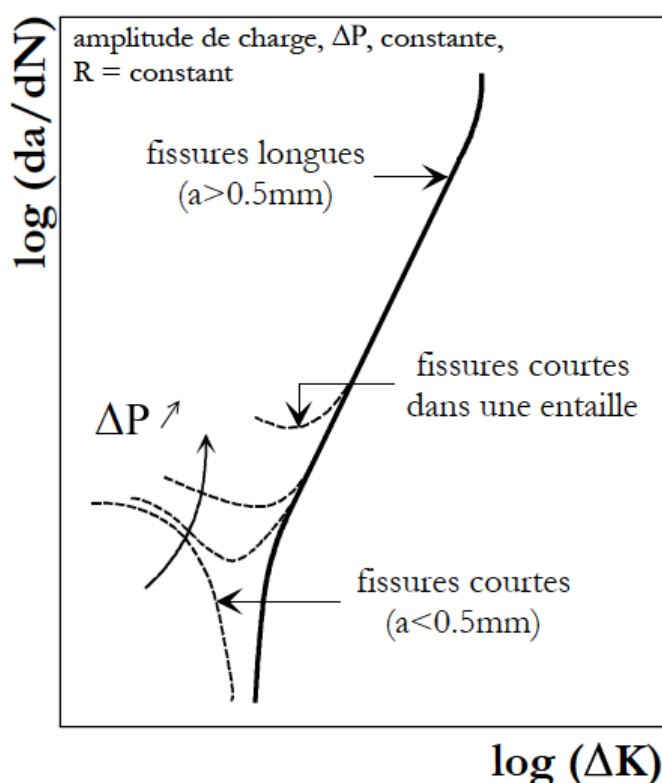


Figure 3.6: Schéma illustrant l'effet "petite fissure" (Sansoz, 2000).

- Les fissures "chimiquement" petites : cette expression désigne parfois les fissures préjudiciables de la mécanique linéaire de la rupture mais qui exhibent tout de même un accroissement de leur vitesse de propagation lorsqu'elles sont inférieures à une certaine taille. Ceci est souvent dû à un phénomène de Corrosion Sous Contraintes qui dépend de la taille de fissure.

De bonnes synthèses des travaux sur les fissures courtes peuvent être trouvés dans (Ritchie et Lankford, 1986; Verreman et Espinosa, 1997; Suresh, 1998; Sansoz, 2000; Sansoz *et al.*, 2002). Il apparaît que l'effet de petite fissure peut souvent être compris grâce à la fermeture de fissure.

En ce qui concerne les monocristaux de superalliage, les travaux de Hicks (Hicks et Brown, 1984) sur le SRR99 et de Defresne (Defresne, 1989; Defresne et Rémy, 1990) sur le CMSX-2 semblent montrer qu'il n'y a pas d'effet important de fissure courte dans les monocristaux de superalliages. Defresne a montré qu'à 650°C les vitesses de propagation avec des fissures courtes (éprouvettes SEN avec des longueurs de fissure initiales comprises entre 0,2 et 0,5 mm) ne sont pas plus grandes que celles mesurée sur des éprouvettes CT.

Dans le cadre de SOCRAX, les fissures étudiées (à haute température) sont principalement "mécaniquement" petites, et parfois "physiquement" petites. L'étude de la propagation des fissures courtes à partir d'une entaille est importante, et elle a été étudiée dans le cadre de SOCRAX en réalisant des essais de fissuration sur des éprouvettes SEN (Single Edge Notch) pourvues d'entailles de plusieurs formes. Cependant, afin de pouvoir dissocier les éventuels effets de fissure courte de ceux liés aux monocristal et au chargement, il est nécessaire de s'intéresser aux fissures longues. L'Ecole des Mines de Paris s'est donc intéressée aux fissures longues dans le cadre du projet SOCRAX, afin de comprendre la propagation de fissure dans



les monocristaux sans risquer d'interférence d'un effet "fissure courte". Dans ce mémoire de thèse, on s'intéresse donc exclusivement à la propagation de fissures longues, par exemple dans des éprouvettes CT.

### 3.1.2.4 Propagation de fissure en fatigue-fluage

A haute température, il existe des interactions fortes entre les effets de la fatigue, du fluage et de l'oxydation. La plupart des mécanismes dépendent alors du temps. Les chargements de fatigue-fluage ont été étudiés intensivement dans le domaine de la fatigue oligocyclique des polycristaux. On peut trouver une étude complète des phénomènes mis en jeu dans (Riedel, 1987). On distingue cinq phénomènes principaux qui régissent la durée de vie (Suresh, 1998) : le glissement cyclique, la cavitation de fluage, le glissement des joints de grain, les inclusions et précipités, l'oxydation. Parmi les nombreux phénomènes qui interagissent, on peut citer les suivants : l'irréversibilité du glissement cyclique est généralement augmentée par l'oxydation, la cavitation de fluage aux joints de grain triples dépend fortement de la forme du cycle de fatigue, l'épaisseur d'oxyde dépend de la durée du cycle, l'oxydation préférentielle facilite l'apparition de défauts (initiation de fissures de fatigue à la surface libre par exemple).

Dans les monocristaux de superalliages à base de nickel, les mécanismes liés aux joints de grain disparaissent. Cela occasionne notamment une résistance au fluage grandement améliorée (cf. chapitre 1). Le fluage crée donc une croissance de cavités au niveau des défauts de fonderie : pores, précipités (carbures), inclusions.

La propagation de fissure en fatigue-fluage proprement dite a été étudiée par de nombreux auteurs dans les polycristaux, mais moins dans les monocristaux. (Riedel, 1987) fait une synthèse des mécanismes de propagation de fissure en fatigue-fluage dans les polycristaux. D'une manière générale, l'avancée de fissure par cycle augmente avec la durée des temps de maintien. On retrouve en fait les mécanismes évoqués pour la fatigue oligocyclique, avec parfois une amplification des phénomènes à la pointe de la fissure, où le fluage est intense et l'oxydation privilégiée de part la géométrie (diffusion préférentielle) et les déformations plastiques importantes.

### 3.1.3 Fissuration des superalliages monocristallins à base de nickel

On précise ici quelles sont les spécificités des fissures dans les monocristaux : champ à la pointe d'une fissure dans un monocristal et quelques aspects de la propagation de fissure. Des compléments bibliographiques sur la propagation de fissure seront donnés dans la section qui traite des essais de fissuration dans le PWA1483 et l'AM1.

#### 3.1.3.1 Champs en pointe de fissure

De part leur nature anisotrope et monocristalline, les champs de contraintes et de déformations en plasticité à la pointe de fissure dans les superalliages monocristallins ne peuvent pas être décrits par les champs H.R.R.. Dans un monocristal, ces champs dépendent de l'orientation de la fissure. On représente à la figure 3.7 les orientations de fissure étudiées dans ce manuscrit. Le symbole  $\succ$  indique qu'il s'agit d'une fissure. On adopte parfois dans la légende des figures une notation abrégée : la lettre "A" correspond à l'orientation  $\succ(001)[100]$ , la lettre "B" correspond à l'orientation  $\succ(001)[110]$ , et "C" désigne l'orientation  $\succ(111)[\bar{1}\bar{1}2]$  ou  $\succ(111)[11\bar{2}]$ . Pour le PWA1483, la lettre à la fin de la référence de l'éprouvette indique son orientation : par exemple, l'éprouvette 127H1B a été prélevée dans la plaque n°127, porte le numéro "H1" et est d'orientation "B" ( $\succ(001)[110]$ ). Pour l'AM1, seule l'orientation "A"

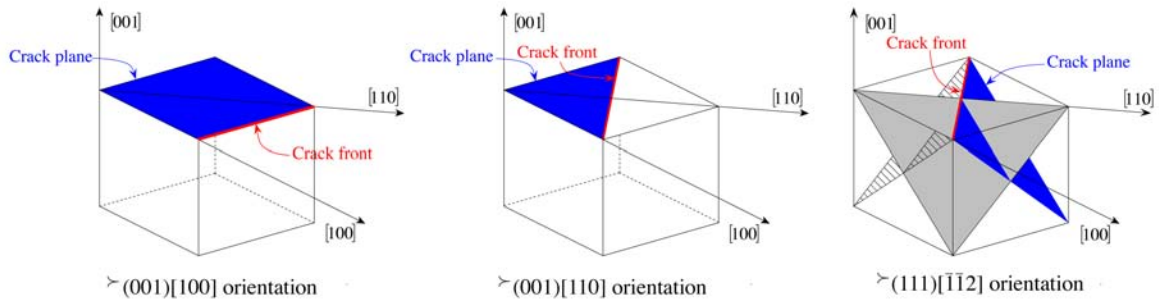


Figure 3.7: Représentation en perspective des trois orientations de fissure étudiées expérimentalement.

( $\gamma(001)[100]$ ) a été testée.

Rice (Rice, 1987) a établi en 1987 la solution asymptotique des champs en pointe de fissure dans un monocristal CFC pour les orientations de fissure  $\gamma(001)[110]$  et  $\gamma(110)[001]$ , avec plusieurs hypothèses : déformations planes, comportement élastique-parfaitement plastique, traction monotone sur une fissure statique sollicitée en mode  $I$ , systèmes octaédriques seulement. Forest (Forest *et al.*, 2001) puis Flouriot (Flouriot *et al.*, 2003a; Flouriot *et al.*, 2003b; Flouriot, 2004) ont repris ce travail en l'appliquant aux monocristaux de superalliages à basse température, en considérant les systèmes cubiques et octaédriques, et diverses orientations de fissure. Les solutions asymptotiques et les calculs par éléments finis mettent en évidence la présence de bandes de localisation de la déformation. Ces bandes ont des structures complexes qui dépendent de l'orientation cristallographique considérée. On représente les structures des bandes pour les trois orientations étudiées sur les figures 3.8, 3.9 et 3.10.

On peut noter que la structure des bandes est plus ou moins complexe en fonction de l'orientation de fissure considérée (ces trois structures ont été déterminées en considérant les systèmes cubiques). La plus simple est celle qui est obtenue pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$  (figure 3.8). A  $54,7^\circ$  et  $125,3^\circ$ , on trouve deux bandes de glissement ("slip bands") : les traces des plans de glissement sont parallèles à la bande. A  $90^\circ$ , on trouve une bande en genou ("kink band"), pour laquelle les traces des plans de glissement sont perpendiculaires à la bande (Jaoul, 1965). Ici, ce sont des systèmes cubiques  $(001)[110]$  qui forment la bande verticale. Une bande en genou est le siège d'une rotation du réseau cristallin à ses frontières.

Pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  (figure 3.9), on constate que la structure est beaucoup plus complexe. La solution est symétrique mais on a cette fois 5 bandes de localisation (à  $45^\circ$ ,  $67,5^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $112,5^\circ$  et  $135^\circ$ ). Notons que la structure de localisation dépend du rapport des cisssions critiques  $\tau_{cub}/\tau_{oct}$  (donc de la température). Ici, on a représenté la structure la plus complexe, qui est obtenue lorsque  $\sqrt{3}/2 \geq \tau_{cub}/\tau_{oct} \leq \sqrt{3}$ . Les bandes à  $45^\circ$ ,  $90^\circ$  et  $135^\circ$  sont des superpositions de bandes de glissement et de bandes en genou. Les bandes à  $67,5^\circ$  et  $112,5^\circ$  ne peuvent être identifiées ni comme des bandes de glissement, ni comme des bandes en genou. Ce sont des bandes de glissement multiple ("multislip bands").

La structure des bandes pour l'orientation  $\gamma(111)[\bar{1}\bar{1}2]$  (figure 3.10) ne comporte que des bandes de glissement ou des bandes en genou, mais elle n'est pas symétrique. En effet, la bande "avant" supérieure est inclinée à  $54,7^\circ$ , alors que la bande "avant" inférieure fait un angle de  $35,3^\circ$  avec  $[\bar{1}\bar{1}2]$ .

L'effet d'un écrouissage a été étudié par Flouriot (Flouriot, 2004). Nous y reviendrons au chapitre 5 : on observe un "étalement" des bandes. La déformation n'est plus confinée dans une zone restreinte, mais tend à remplir les secteurs qui séparent les bandes théoriques, en activant de proche en proche les systèmes de glissement.

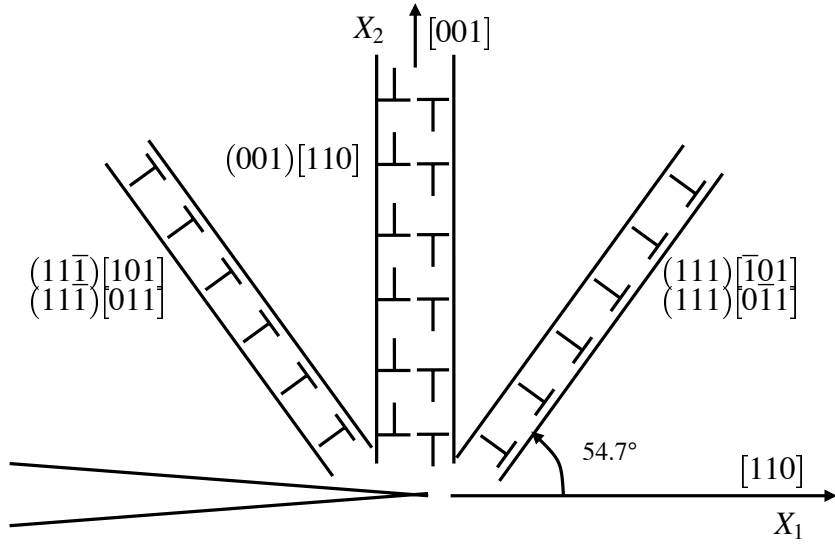


Figure 3.8: Représentation de la structure des bandes de localisation de la déformation à basse température dans le plan  $(1\bar{1}0)$  pour une orientation de fissure  $\succ(001)[110]$  (Flourirot, 2004).

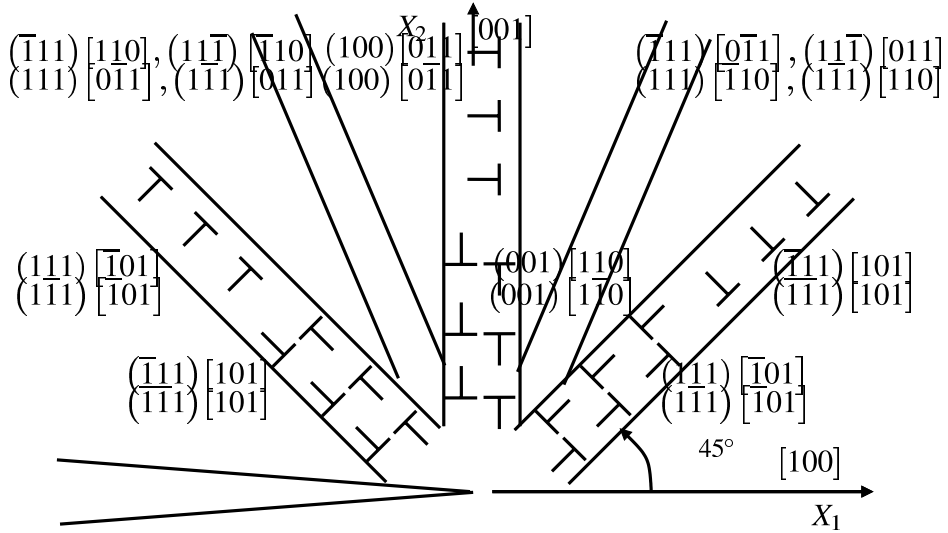


Figure 3.9: Représentation de la structure des bandes de localisation de la déformation à basse température dans le plan  $(0\bar{1}0)$  pour une orientation de fissure  $\succ(001)[100]$  (Flourirot, 2004).

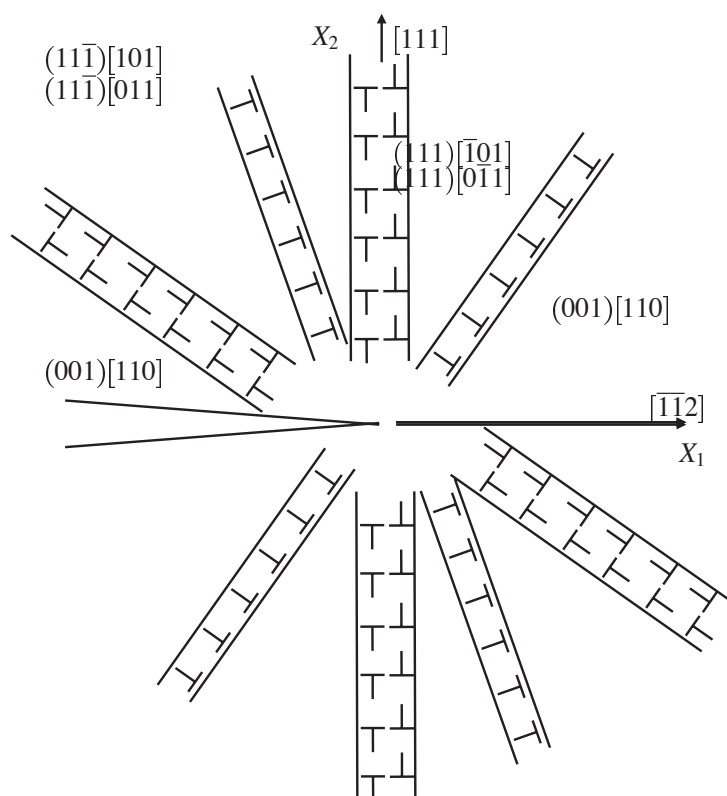


Figure 3.10: Représentation de la structure des bandes de localisation de la déformation à basse température dans le plan  $(\bar{1}10)$  pour une orientation de fissure  $\succ (111)[\bar{1}12]$  (Flouriot, 2004).

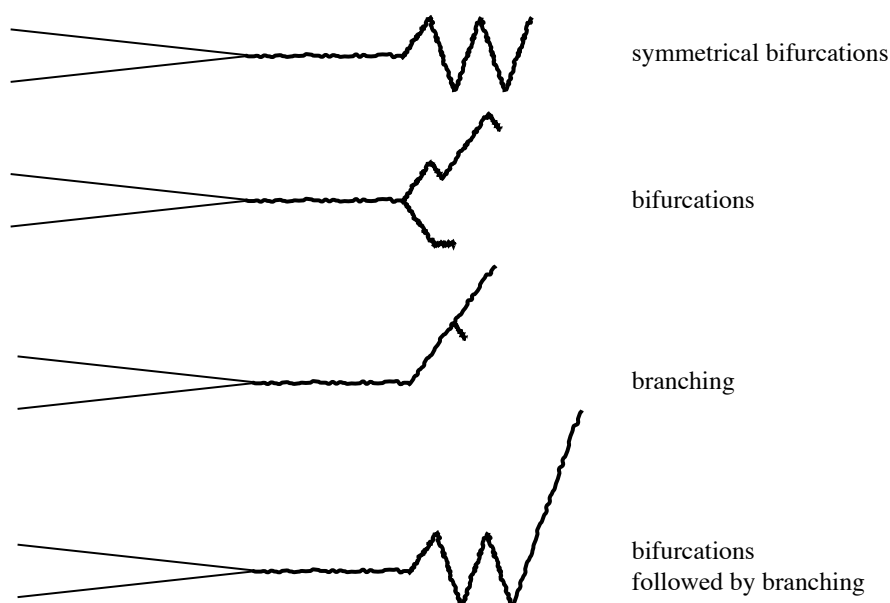


Figure 3.11: Définition des bifurcations de fissure et d'un branchement. Le branchement est caractérisé par sa longueur importante.

### 3.1.3.2 Bifurcation de fissure et branchement

A basse température, les superalliages monocristallins ont un comportement assez proche d'un comportement élastique-parfaitement plastique. Ils sont donc sujets à la localisation de la déformation plastique, ce qui se traduit par des bifurcations de fissure. Ces bifurcations peuvent aussi apparaître à plus haute température, lorsque la vitesse de fissure ou la fréquence de sollicitation sont élevées. C'est pourquoi on parle souvent de bifurcation de fissure. On précise sur la figure 3.11 la différence entre bifurcation de fissure et branchement. Un branchement est formé d'une bifurcation principale de la fissure dans une direction donnée sur une longueur importante.

Pour finir sur la propagation de fissure dans les monocristaux, précisons que la vitesse de propagation de fissure en fatigue dépend de l'orientation de la fissure. On donne plus d'explications dans la section suivante, en même temps que l'on expose nos résultats.

### 3.2 Fissuration du PWA1483

Les essais de fissuration dont on présente ici les résultats (ceci vaut aussi pour les essais sur AM1 bas soufre) ont tous été effectués sur des éprouvettes CT16 de 6 mm d'épaisseur, selon les modalités explicitées au chapitre 1. Rappelons que les essais à haute fréquence ont été menés sur une machine hydraulique SCHENCK alors que tous les essais de fatigue-fluage et les essais sous vide ont été effectués avec une machine électro-mécanique INSTRON. Dans tous les cas, on utilise la méthode de suivi électrique pour déterminer la longueur de fissure (cf. annexe B). Au total, 9 essais de fissuration mettant en jeu des conditions expérimentales différentes ont été menés sur le PWA1483. A ces essais s'ajoutent un essai de référence à 750°C et 2 essais sur éprouvettes fragilisées, qui sont traités au chapitre 4. Le tableau de la figure 3.12 présente les essais menés à 950°C.

| <b>PWA1483 - CRACK GROWTH TESTS</b> |             |          |                  |                |         |                             |
|-------------------------------------|-------------|----------|------------------|----------------|---------|-----------------------------|
| <b>TESTS AT 950°C</b>               |             |          |                  |                |         |                             |
| Specimen<br>i.d.                    | Orientation | Environ. | Test conditions  |                |         | Pre-crack<br>length<br>(mm) |
|                                     |             |          | Cycle definition | Frequency [Hz] | R-ratio |                             |
| 104H2A                              | A           | Air      | 0.025/0/0.025/0  | 20             | 0,1     | 9,93                        |
| 104H3A                              | A           | Air      | 5/0/5/0          | 0.1            | 0,1     | 10,88                       |
| 104H4A                              | A           | Air      | 10/90/10/0       | --             | 0,1     | 11,20                       |
| 104H6A                              | A           | Vacuum   | 10/0/10/0        | 0,05           | 0,1     | 11,06                       |
| 104B5A                              | A           | Air      | 10/0/10/0        | 0,05           | 0,1     | 9,47                        |
| 104H5A                              | A           | Air      | 10/90/10/0       | --             | 0,7     | 9,85                        |
| 127H1B                              | B           | Air      | 0.025/0/0.025/0  | 20             | 0,1     | 9,38                        |
| 127H2B                              | B           | Air      | 5/0/5/0          | 0.1            | 0,1     | 9,90                        |
| 127B1C                              | C           | Air      | 0.025/0/0.025/0  | 20             | 0,1     | 9,21                        |
| 104H7A                              | A           | Vacuum   | 10/90/10/0       | --             | 0,1     | 10,74                       |

Figure 3.12: Tableau regroupant tous les essais de fissuration effectués sur le PWA1483 à 950°C. L'essai en grisé est toujours en cours.

#### 3.2.1 Effet de l'orientation cristallographique

On a réalisé trois essais à 20 Hz sur des éprouvettes ayant les orientations  $\gamma(001)[100]$ ,  $\gamma(001)[110]$  et  $\gamma(111)[11\bar{2}]$ . A cette fréquence élevée, on considère usuellement que les effets d'oxydation sont faibles (même à haute température), en raison de la courte durée de l'essai (la durée totale de fissuration n'excède pas 4 heures). La courbe  $da/dN - \Delta K$  représentée à la figure 3.13 montre que l'orientation cristallographique n'a pas une grande influence sur la vitesse de propagation de la fissure.

Sur les courbes de la figure 3.13, on observe un régime de Paris pour les trois orientations, pour  $\Delta K$  compris entre 10 et 30 MPa. $\sqrt{m}$ . L'exposant  $m$  de la loi de Paris vaut 4,2 pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$ , 4,5 pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$  et il diffère quelque peu des deux valeurs précédentes pour l'orientation  $\gamma(001)[11\bar{2}]$ , puisqu'il vaut 2,9. Pour l'AM1 standard orienté  $\gamma(001)[100]$ , Fleury trouve un exposant  $m = 5,3$  pour la fissuration à haute fréquence à 950°C. (Lerch et Antolovich, 1990) a trouvé un exposant  $m = 4,4$  pour le René N4 orienté  $\gamma(001)[100]$  à 927°C. Enfin, pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$ , on observe un seuil de propagation aux alentours de 10 MPa. $\sqrt{m}^2$ .

<sup>2</sup>Cette valeur n'a pas été obtenue par un essai "de seuil" spécifique, à charge décroissante. Cependant elle donne une bonne indication sur la valeur réelle du seuil de propagation de fissure.

Nous avons aussi pu comparer les vitesses de fissuration en fatigue à basse fréquence pour les orientations  $\gamma(001)[100]$  et  $\gamma(001)[110]$  (figure 3.14). On constate une nouvelle fois que les vitesses de fissuration sont proches pour les deux orientations de fissure. Néanmoins, pour  $\Delta K$  inférieur à environ  $25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , on observe une vitesse de propagation de fissure plus importante pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  que pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$ .

La faible influence de l'orientation cristallographique sur la propagation de fissure en fatigue dans le PWA1483 a aussi été constatée par le BAM dans le cadre de SOCRAX (Pfennig, 2005). Ils ont mené des essais sur fissures plus courtes (éprouvettes SEN) et à faible fréquence (0,1 Hz) (figure 3.15). Avec la dispersion des résultats observée, on constate qu'il n'y a pas de différence de vitesse nette entre  $\gamma(001)[100]$  et  $\gamma(001)[110]$ .

Fleury (Fleury, 1991) a observé une nette influence de l'orientation de la fissure sur l'AM1 standard à  $650^\circ\text{C}$  en fatigue à haute fréquence (20 Hz). Il observe que pour  $da/dN < 10^{-7}$  m/cycle ( $R = 0,1$ ) la fissure  $\gamma(001)[100]$  se propage environ 4 fois plus vite que la fissure  $\gamma(001)[110]$ . Il montre que cette différence est en grande partie due à la fermeture de fissure qui est plus importante pour  $\gamma(001)[110]$  que pour  $\gamma(001)[100]$ . Mais il observe tout de même une différence de vitesse de propagation pour  $R = 0,7$ , alors qu'à ce rapport de charge il n'y a pas de fermeture.

Defresne (Defresne, 1989; Defresne et Rémy, 1990) a aussi mis en évidence l'importance de la direction de propagation de fissure sur des éprouvettes SEN (fissures courtes :  $a_0 = 0,2$  à  $0,4$  mm) en CMSX-2 testées à  $650^\circ\text{C}$ . Elle trouve une propagation 10 fois plus rapide dans la direction  $\gamma(001)[100]$  que dans la direction  $\gamma(001)[110]$ . Elle montre que cette différence est principalement due à la fermeture de fissure.

### 3.2.2 Effet de la fréquence en fatigue

L'influence de la fréquence de sollicitation en fatigue sur la vitesse de propagation de fissure a été étudiée pour les orientations cristallographiques  $\gamma(001)[100]$  (figure 3.16) et  $\gamma(001)[110]$  (figure 3.17).

On a mené des essais à trois fréquences différentes pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  : 20 Hz, 0,1 Hz et 0,05 Hz. L'essai à 0,05 Hz (référence 104B5A) a été réalisé pour faire le lien avec son homologue sous vide (référence 104H6A) qui ne pouvait pas être fait à 0,1 Hz en raison d'une limitation de la machine électromécanique utilisée pour les essais sous vide. On constate d'ailleurs sur la figure 3.16 que les résultats des essais 104H3A (0,1 Hz) et 104B5A (0,05 Hz) sont confondus. A ces basses fréquences, les vitesses de propagation de fissure sont 2,5 à 4 fois supérieures aux vitesses obtenues à une fréquence de 20 Hz, pour  $\Delta K$  inférieur à  $25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ .

On peut aussi remarquer que le seuil de propagation de fissure est décalé vers les valeurs plus élevées de  $\Delta K$  : pour l'essai 104H2A (20 Hz), le seuil de propagation est proche de  $10 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , alors qu'il vaut environ  $13,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  pour les essais 104H3A (0,1 Hz) et 104B5A (0,05 Hz). Ce phénomène est probablement dû à la fermeture de fissure induite par l'oxydation qui est susceptible de se produire en raison du faible rapport de charge (0,1). Des tentatives de mesure de la fermeture de fissure ont été faites avec un extensomètre, mais sans résultat satisfaisant en raison du bruit de mesure important à  $950^\circ\text{C}$  et de la faible intensité du phénomène.

En considérant qu'un régime de Paris est établi pour les essais à 0,1 Hz et 0,05 Hz au-delà

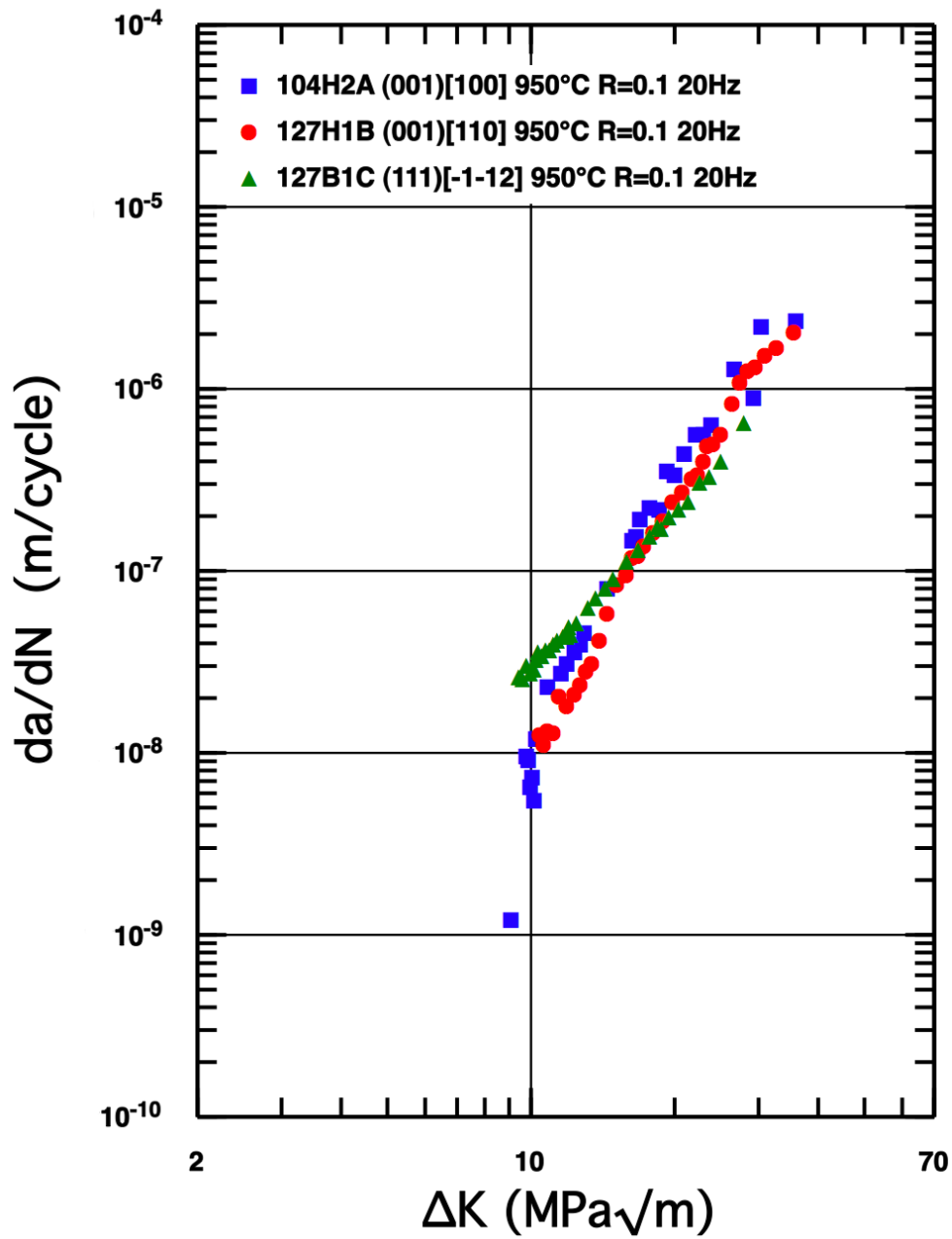


Figure 3.13: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation de fissure à haute fréquence. PWA1483 à 950°C.



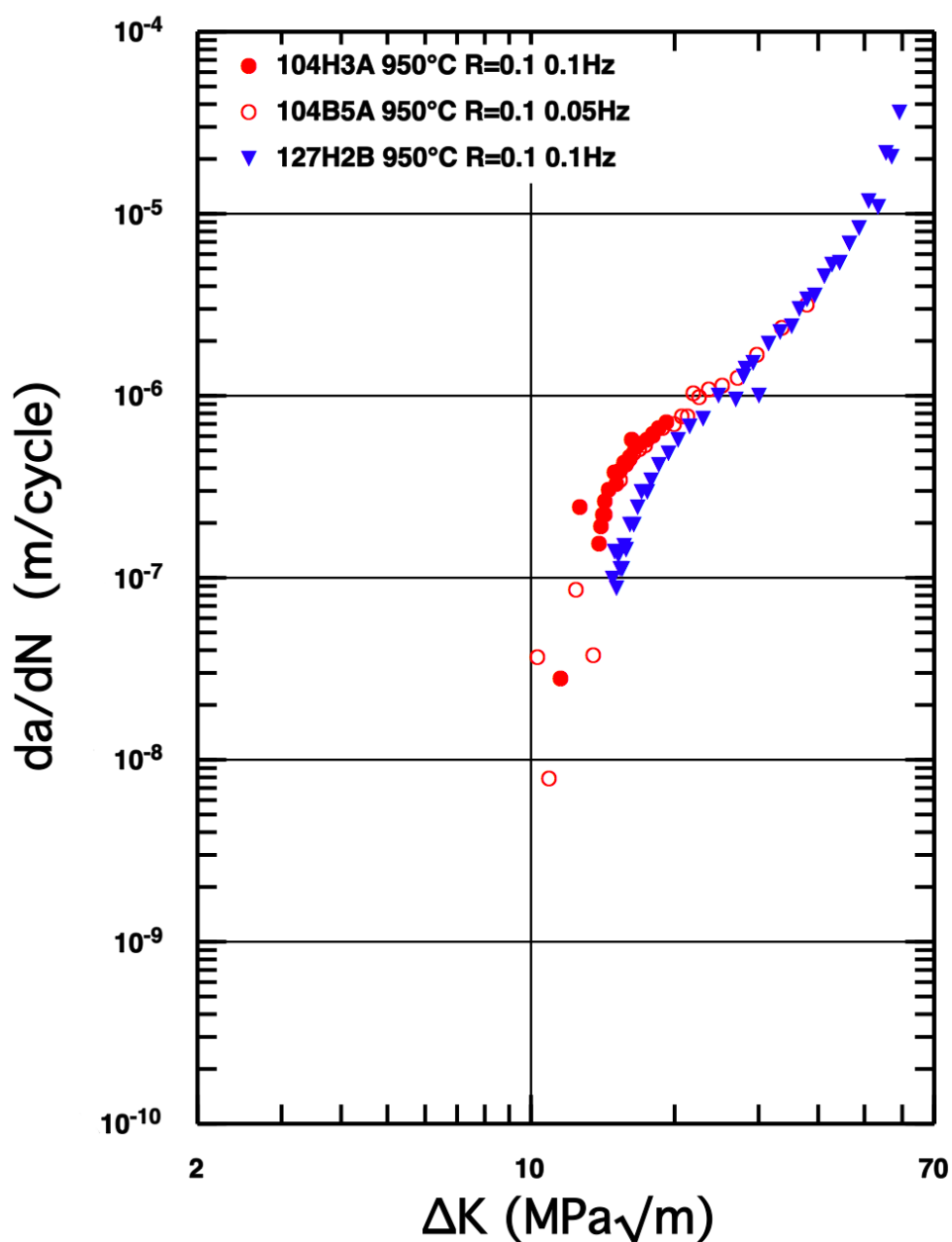


Figure 3.14: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence de l'orientation cristallographique sur la propagation de fissure à basse fréquence. PWA1483 à 950°C.

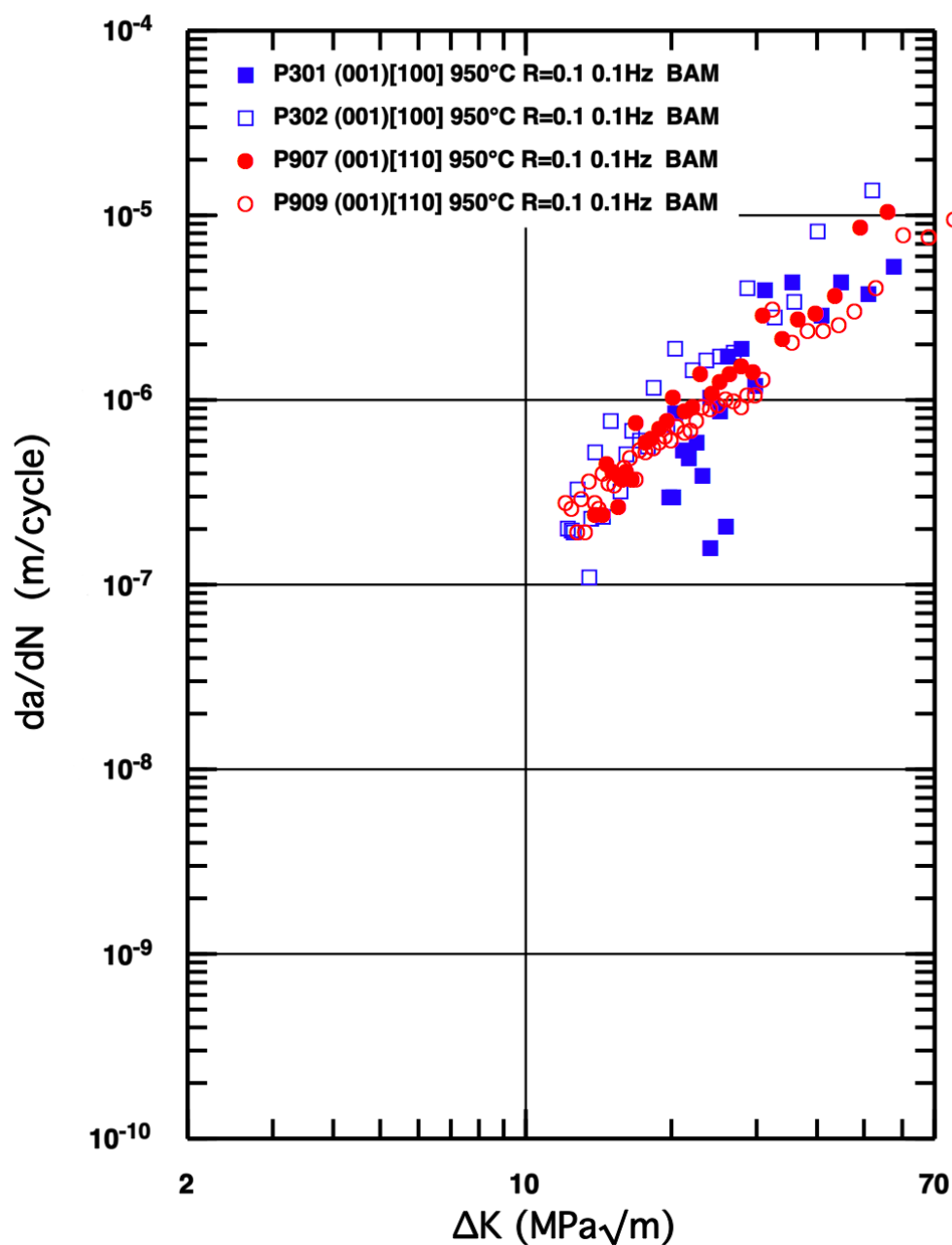


Figure 3.15: Courbe  $da/dN - \Delta K$  obtenue par le BAM, qui confirme la faible influence de l'orientation cristallographique. PWA1483 à 950°C.

de 17,5 MPa. $\sqrt{m}$ , l'exposant de la loi de Paris vaut 2,2. On peut aussi remarquer qu'un arrêt de l'essai induit une légère variation de la vitesse de propagation de la fissure. D'après nos mesures, cette variation ne peut pas être attribuée à la méthode de suivi électrique, puisque le potentiel a la même valeur à la reprise de l'essai et que la courbe de calibration est parfaitement régulière.

Pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$ , on a mené un essai à 20Hz (127H1B) et un autre essai à 0,1 Hz (127H2B) (figure 3.17). Des phénomènes analogues à ceux exposés précédemment sont observés :

- le seuil de propagation de fissure est décalé vers les hautes valeurs de  $\Delta K$  pour l'essai à faible fréquence ;
- en-dessous de  $\Delta K = 25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , les effets d'oxydation et/ou de fluage accélèrent la propagation de fissure ;
- au-dessus de  $\Delta K = 25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , les vitesses de propagation de fissure sont très proches à faible et haute fréquence, et la valeur de  $m$  devient identique pour les deux essais.

### 3.2.3 Effet d'un temps de maintien en traction

Nous avons voulu voir quelle est l'influence d'un temps de maintien de 90 secondes à la charge maximale sur la vitesse de propagation de fissure, pour un essai dans l'air, avec un rapport de charge inchangé par rapport aux essais analysés ci-dessus (i.e.  $R = 0,1$ ). La figure 3.18 permet de comparer les résultats dans le repère  $da/dN - \Delta K$ . On constate que l'effet du temps de maintien de 90 secondes sur la vitesse de propagation de fissure est modéré. La vitesse de fissuration en fatigue-fluage semble être légèrement supérieure à celle obtenue en fatigue à basse fréquence (+ 40 à 50 %).

Il est intéressant de noter cette fois encore que les arrêts d'essai induisent une nette accélération de la vitesse de la fissure à la reprise de l'essai. Cette accélération ne semble pas non plus causée par la méthode du potentiel électrique. La fissure se propage réellement plus rapidement, probablement en raison de redistributions complexes des contraintes à la pointe de la fissure lors de la décharge et de la descente en température jusqu'à l'ambiante.

Comme le rapport de charge valait 0,1 pour l'essai présenté à la figure 3.18, des effets de fermeture de fissure étaient susceptibles de se produire. Ceci peut revêtir une importance particulière dans le cas d'un essai très long comme celui-ci, pour lequel l'oxydation est très forte<sup>3</sup>. C'est pourquoi nous avons mené un essai dans des conditions semblables, à l'exception du rapport de charge qui cette fois vaut 0,7. Ceci permet aussi d'étudier l'éventuelle influence d'une charge moyenne élevée. On a représenté les résultats sur les figures 3.19 et 3.20.

Sur le graphique  $da/dN - \Delta K$  (figure 3.19), on constate que la vitesse de propagation de fissure par cycle est assez faible pour  $\Delta K < 10 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , puis qu'elle devient rapidement très élevée dès qu'on dépasse  $10 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ . La comparaison avec l'essai à  $R = 0,1$  n'est pas facile car l'influence de la charge maximale n'apparaît pas sur ce type de graphique. Or, pour  $\Delta K = 10 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , on a  $K_{max} \simeq 33,3 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  si  $R = 0,7$  et  $K_{max} \simeq 11,1 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  si  $R = 0,1$ .

C'est la raison pour laquelle on présente les résultats des deux essais sous la forme  $da/dN - K_{max}$  (figure 3.20). Sur cette courbe, on s'aperçoit que la vitesse de propagation de fissure est plus faible pour l'essai à  $R = 0,7$  que pour l'essai à  $R = 0,1$ , jusqu'à ce qu'on atteigne  $K_{max} \simeq 35 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ . Il semble donc que l'alliage résiste bien à une propagation de fissure sous

<sup>3</sup>Un essai de ce type dure environ 2 mois. Le cyclage à haute température seul représente 400 heures pour l'essai 104H4A ( $R = 0,1$ ) et 1000 heures pour l'essai 104H5A ( $R = 0,7$ ).

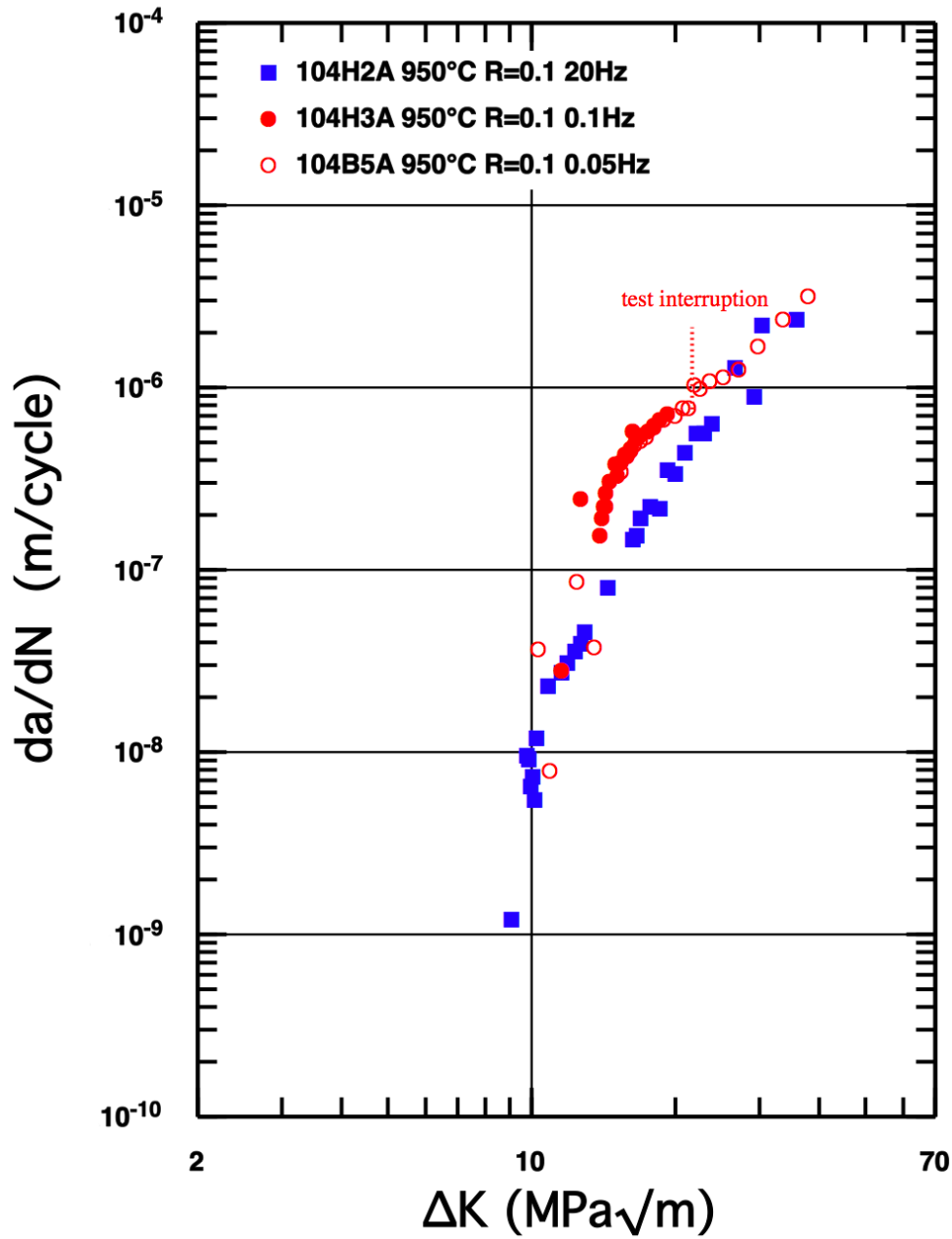


Figure 3.16: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence de la fréquence sur la propagation de fissure en fatigue. PWA1483 à 950°C. Orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ .

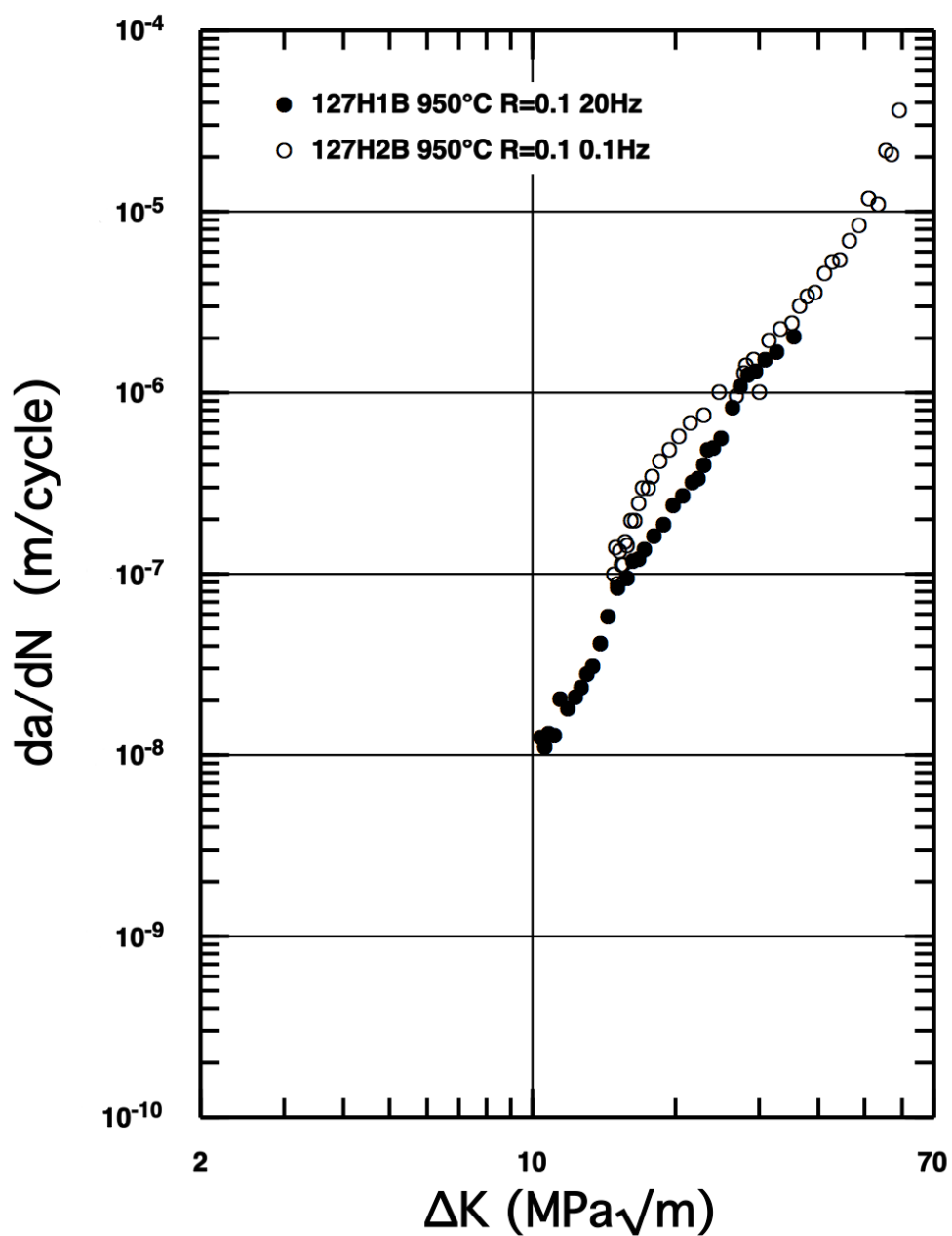


Figure 3.17: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence de la fréquence sur la propagation de fissure en fatigue. PWA1483 à 950°C. Orientation de fissure  $\sim (001)[110]$ .

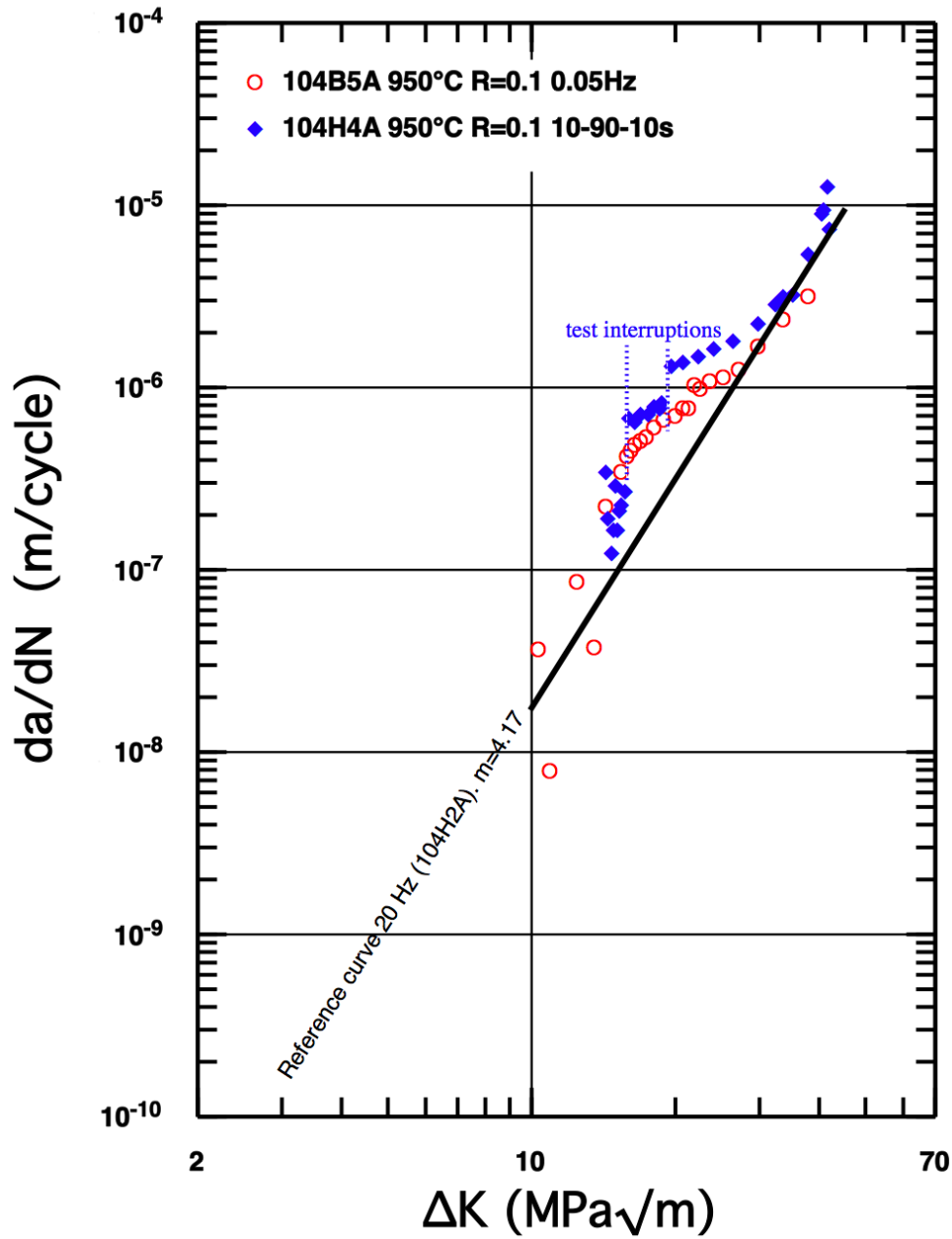


Figure 3.18: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence d'un temps de maintien de 90s à charge maximale sur la vitesse de propagation de fissure par cycle. PWA1483 à 950°C, rapport de charge  $R = 0,1$ , orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ .

charge moyenne élevée, tant que l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes demeure faible. C'est à partir du moment où l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes devient assez élevée que la contrainte moyenne fait sentir son effet en engendrant une vitesse de fissuration supérieure pour l'essai à  $R = 0,7$  pour un  $\Delta K$  identique (figure 3.19).

### 3.2.4 Effet de l'environnement

Une machine électromécanique est équipée d'une chambre à vide qui entoure un four à lobes. La pression dans la chambre est de l'ordre de  $2.10^{-5}$  mbar (soit  $2.10^{-3}$  Pa, ou  $1,5.10^{-5}$  Torr) à  $950^{\circ}\text{C}$ . On donne plus de détails dans le chapitre 1, page 24. Un essai sous vide (référence 104H6A) a été effectué dans les mêmes conditions que l'essai 104B5A ( $950^{\circ}\text{C}$ ; fissure  $\succ(001)[100]$ ;  $R = 0,1$ ;  $0,05$  Hz). Les résultats de ces deux essais sont représentés sur la figure 3.21.

On voit qu'il n'y a pas d'effet important de l'environnement sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue à faible fréquence. Cependant, il peut être intéressant de noter certains points. Tout d'abord, le décalage du seuil à  $\Delta K \simeq 13,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  observé sous air ne semble pas avoir lieu avec l'essai sous vide : pour  $\Delta K$  compris entre  $12,5$  et  $13,5 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , la vitesse de fissuration sous vide est 2 à 7 fois plus grande que sous air. Ceci tend à appuyer l'hypothèse que nous avons formulé qui voulait que le seuil de propagation soit décalé en raison d'une fermeture amplifiée par l'oxydation. Deuxièmement, on remarque que la vitesse de propagation de fissure est légèrement plus importante (2 à 3 fois) sous vide que sous air pour les valeurs de  $\Delta K$  supérieures à  $25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ . Il semble donc qu'à partir de ce niveau d'intensité des contraintes l'effet de l'oxydation soit plutôt bénéfique, puisqu'il ralentit la fissure.

Defresne (Defresne, 1989; Defresne et Rémy, 1990) a étudié l'effet de l'environnement sur le CMSX-2 à  $650^{\circ}\text{C}$ . Elle a observé une différence de vitesse de propagation des fissures dans l'air et dans le vide, ainsi qu'une disparition du seuil de propagation de fissure dans le vide (disparition qui semble aussi avoir lieu dans le PWA1483 à  $950^{\circ}\text{C}$ ).

Fleury (Fleury, 1991) a fait des essais de propagation de fissure sous vide à  $650^{\circ}\text{C}$  et  $950^{\circ}\text{C}$ , pour l'orientation  $\succ(001)[110]$ . Il observe à  $950^{\circ}\text{C}$  une forte atténuation de l'effet du rapport de charge (ce n'est pas le cas à  $650^{\circ}\text{C}$ ). A  $650^{\circ}\text{C}$ , il observe que la propagation de fissure dans l'air est plus rapide que dans le vide, mais à  $950^{\circ}\text{C}$  c'est l'inverse. L'oxydation plus importante à  $950^{\circ}\text{C}$  dans l'air ralentit donc très nettement la fissure lorsque le rapport de charge est petit ( $0,1$ ). Par contre, pour  $R = 0,7$ , on constate à nouveau une propagation plus rapide de la fissure dans l'air. Il y a donc probablement un effet de fermeture de fissure induite par l'oxydation dans l'AM1 standard à  $950^{\circ}\text{C}$  pour  $R = 0,1$ . Comme nous venons de le montrer, cet effet n'est pas observé dans le PWA1483 à faible vitesse/faible  $\Delta K$  (les niveaux de vide sont les mêmes :  $\simeq 10^{-3}$  Pa).

### 3.2.5 Observation des chemins de fissuration

Nous avons observé au Microscope Electronique à Balayage (MEB) le chemin de fissuration des éprouvettes CT 104H2A, 104H1B, 104B1C (fissurées à  $20$  Hz) et 104H3A (fissurée à  $0,1$  Hz). Les autres éprouvettes ont été observées à la binoculaire. D'une manière générale, à  $950^{\circ}\text{C}$ , on observe peu de bifurcations de fissure. Pour les essais à fréquence très basse ( $0,1$  Hz ou fatigue-fluage  $10\text{-}90\text{-}10$  s) l'oxydation très importante gêne les observations.

Dans la plupart des cas, la fissure ne s'amorce pas exactement à la pointe du chevron en pré-fissuration (à  $650^{\circ}\text{C}$ ). Elle fait un angle initialement non négligeable avec la direction voulue. La préfissuration permet généralement de "redresser" la fissure en la faisant sortir de la zone d'influence du chevron où l'état de contrainte est fortement multiaxial.

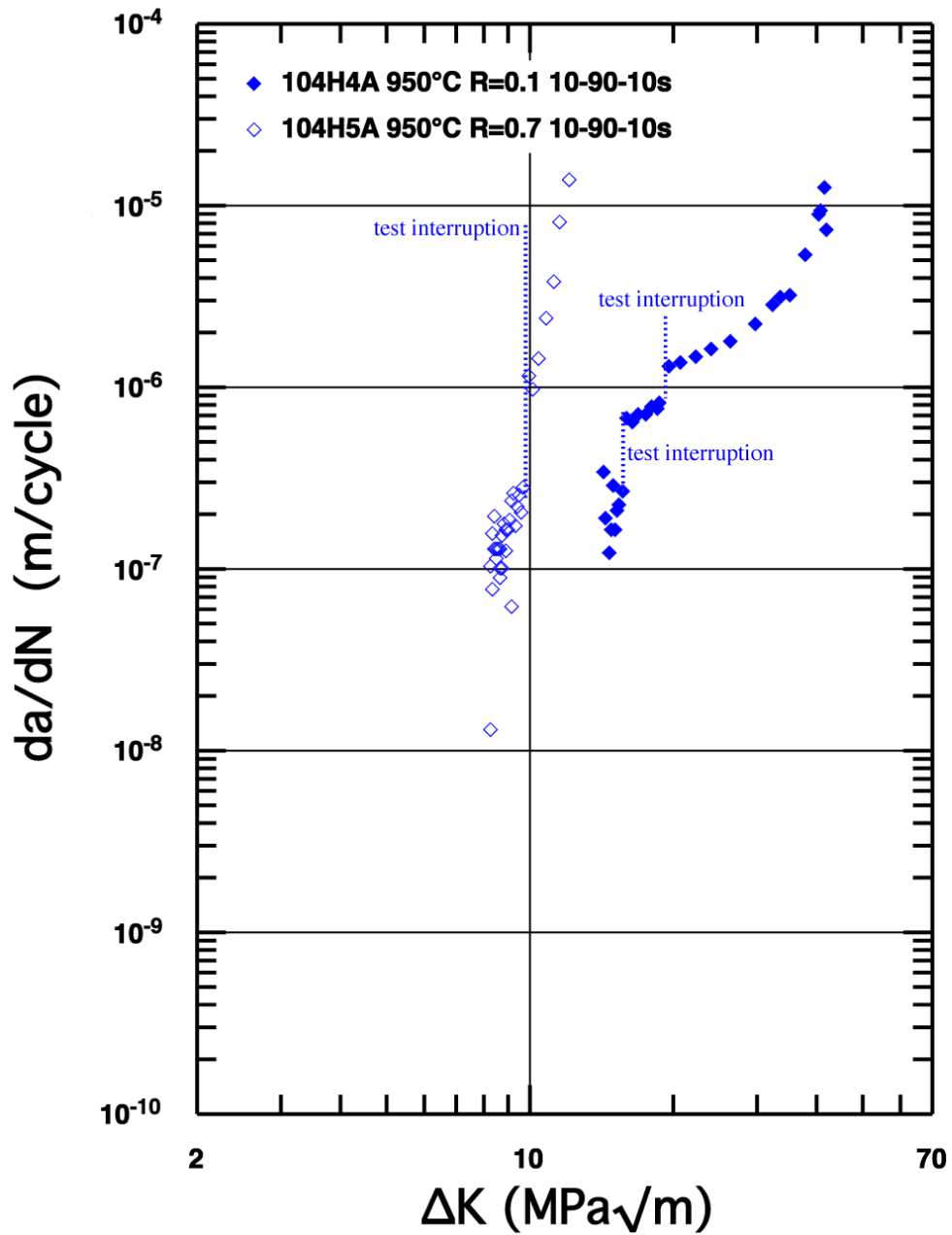


Figure 3.19: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence du rapport de charge sur la vitesse de propagation de fissure par cycle en fatigue-fluage. PWA1483 à 950°C, orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ .



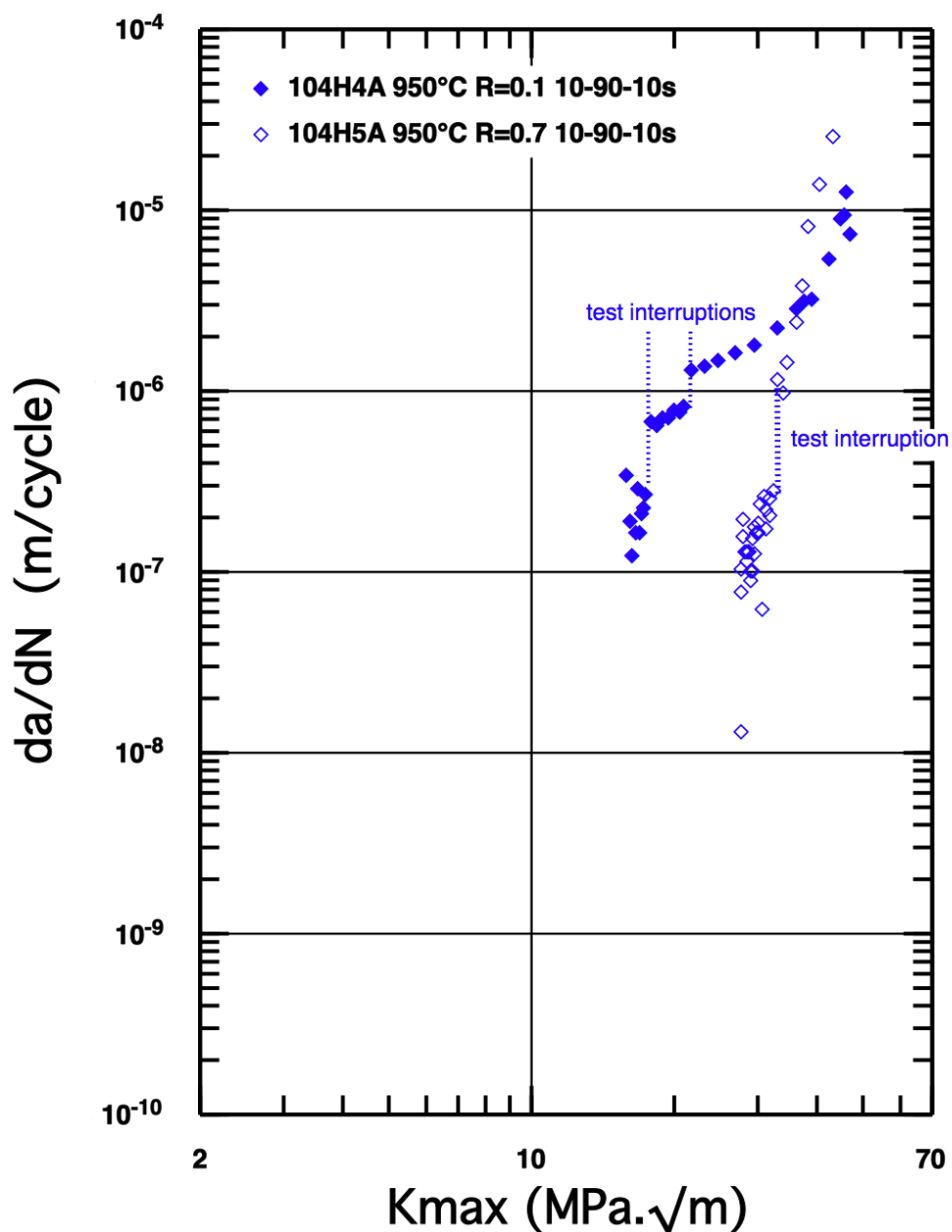


Figure 3.20: Courbe  $da/dN - K_{max}$  montrant l'influence d'un temps de maintien de 90s à charge maximale sur la vitesse de propagation de fissure par cycle. PWA1483 à 950°C, rapport de charge  $R = 0, 1$ , orientation de fissure  $\sim (001)[100]$ .

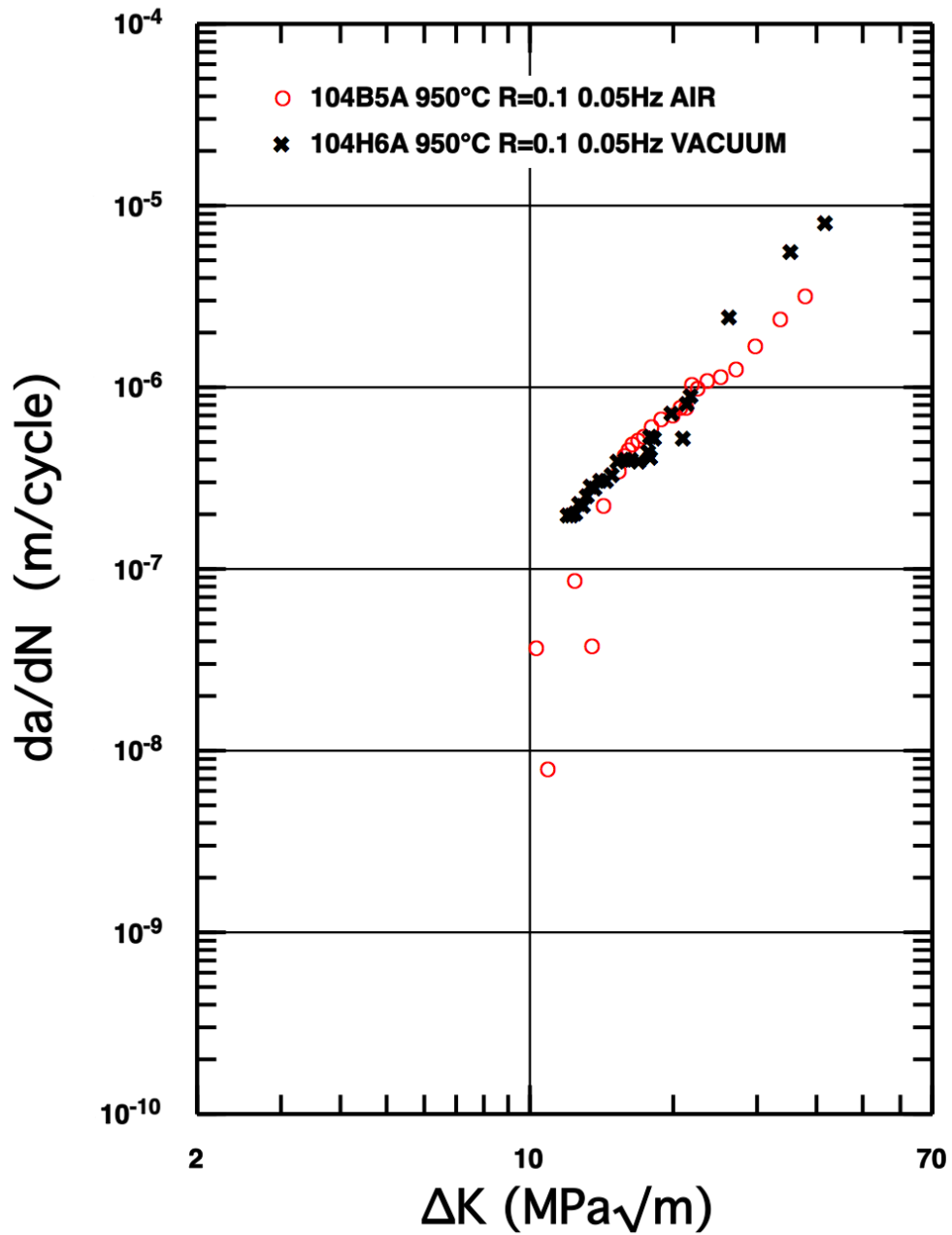


Figure 3.21: Courbe  $da/dN - \Delta K$  montrant l'influence de l'environnement sur la vitesse de propagation de fissure en fatigue. PWA1483 à 950°C, rapport de charge  $R = 0,1$ , orientation de fissure  $\sim (001)[100]$ .

A 950°C, le chemin de fissuration est généralement bien régulier. Toutefois, les trois orientations testées à 20 Hz sont caractérisées par un chemin de fissuration qui devient plus tortueux lorsque la vitesse de la fissure augmente. On observe à la surface libre une succession de petites bifurcations de la fissure. Si l'on considère par exemple l'essai 104H2A (orientation  $\gamma(001)[100]$ ), on constate que ce phénomène intervient pour une longueur de fissure de 15,4 mm (figure 3.22), ce qui correspond à un  $\Delta K$  proche de 16-17 MPa. $\sqrt{m}$ . A cette valeur, on constate sur la figure 3.13 que l'on se trouve encore dans le régime de Paris, avec une vitesse raisonnable proche de  $10^{-7}$  m/cycle. Un tel phénomène n'a pas été observé à basse fréquence dans l'air (essai 104H1B par exemple).

Un essai de référence a été conduit à 750°C et 20 Hz pour l'étude de fragilisation présentée au chapitre 4. On observe cette fois (figure 3.23) que le chemin de fissuration est beaucoup plus irrégulier. De nombreuses bifurcations sont présentes. Cela se comprend bien car à cette température le comportement de l'alliage est beaucoup moins visqueux qu'à 950°C. Fleury (Fleury, 1991) a aussi observé cette différence de mécanisme de propagation de fissure entre 650°C et 950°C dans l'AM1 standard. Il a par ailleurs effectué une étude complète au MEB des mécanismes de fissuration en fonction de la température, de l'orientation de fissure et de l'environnement.

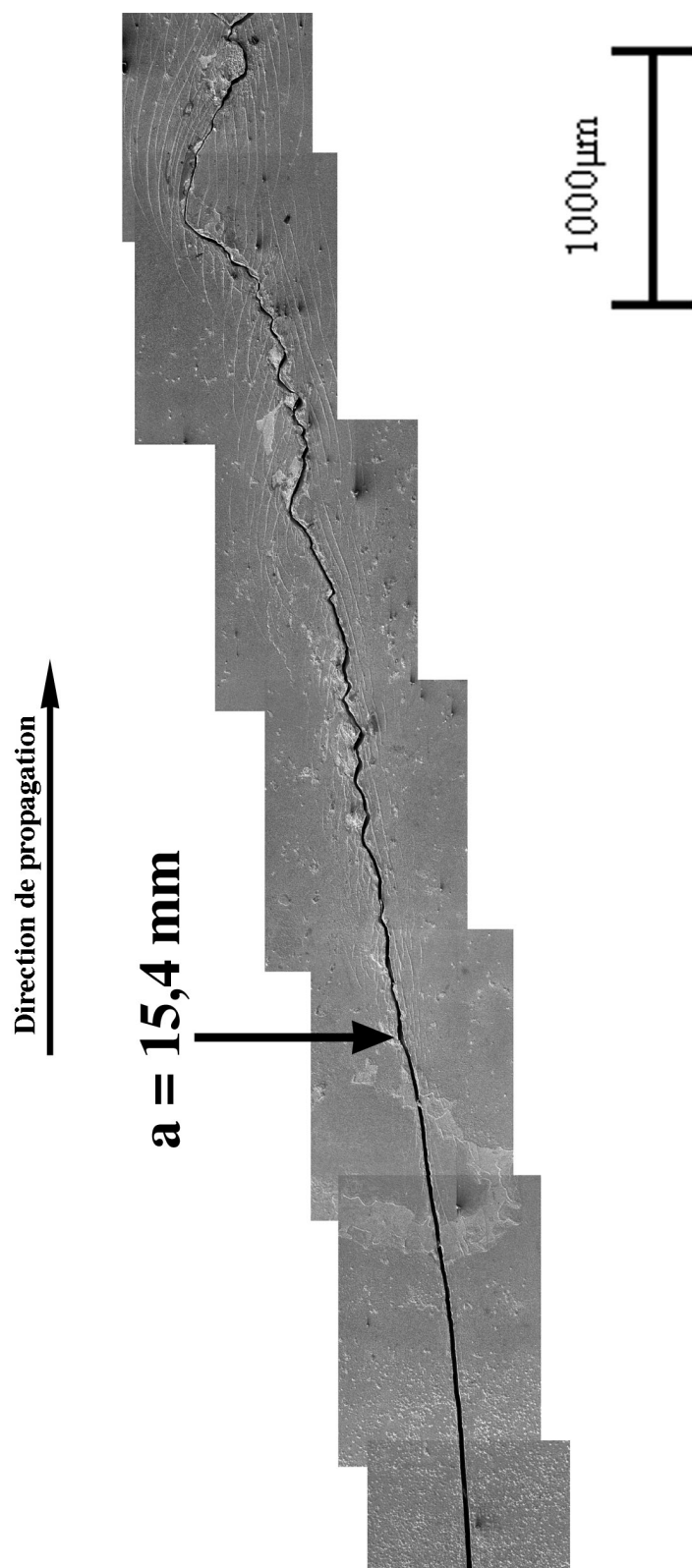


Figure 3.22: Chemin de fissure devenant tortueux. Essai 104H2A : fissure  $\succ (001)[100]$ , 950°C, 20 Hz,  $R = 0,1$ .

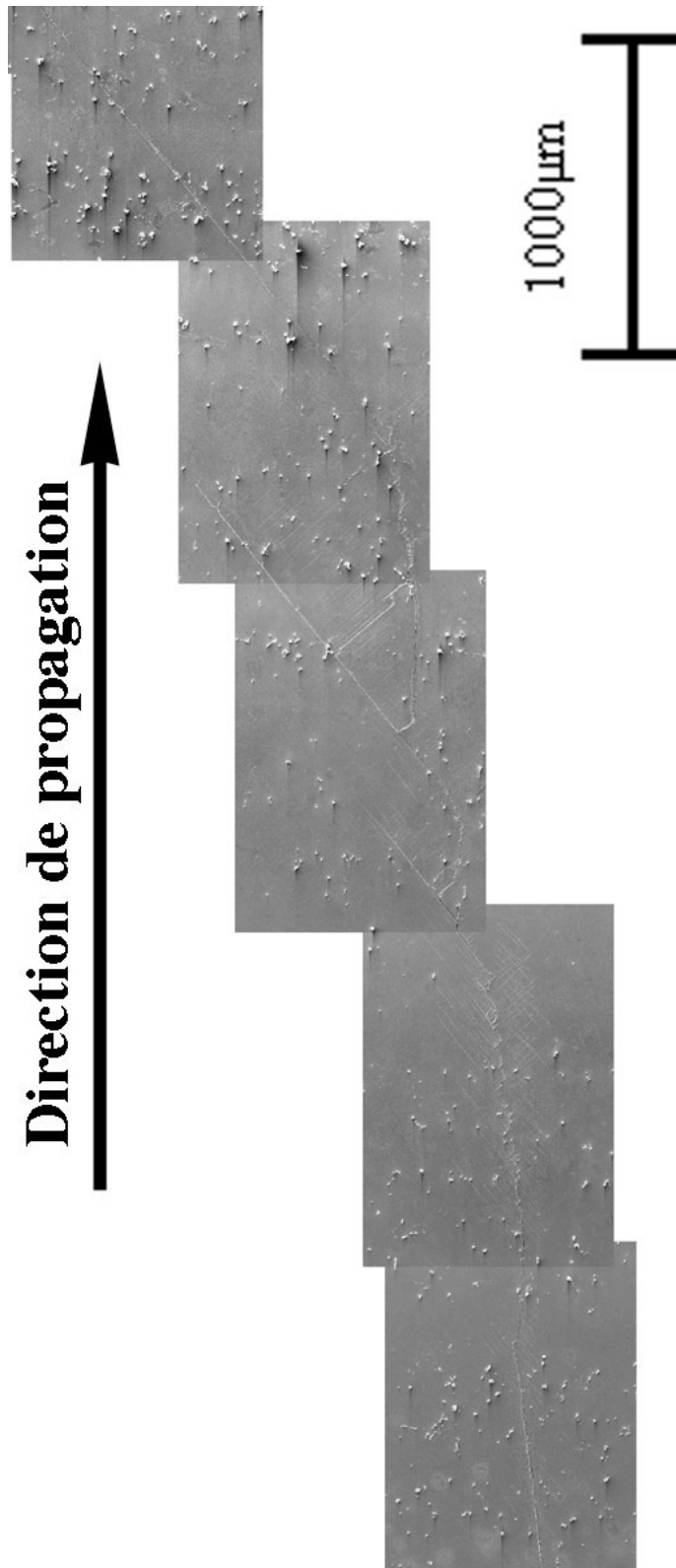


Figure 3.23: Vue partielle du chemin de fissure de l'essai 104B1A, réalisé à 750°C. A cette température, on observe de nombreuses bifurcations de fissure. Orientation  $\gamma$  (001)[100], 20 Hz,  $R = 0, 1$ .

### 3.3 Fissuration de l'AM1 bas soufre

Deux essais de fatigue dans l'air ont été réalisés au Centre des Matériaux dans le cadre du projet SOCRAX. A l'heure où j'écris ces lignes, les deux essais de propagation de fissure en fatigue-fluage (sous air et sous vide) ont été réalisés mais pas analysés. Les conditions d'essai sont regroupées dans le tableau de la figure 3.24. La procédure suivie pour réaliser les essais est exactement la même que celle utilisée pour les essais de fissuration sur le PWA1483.

| AM1 - CRACK GROWTH TESTS |             |          |                  |                |         |                             |
|--------------------------|-------------|----------|------------------|----------------|---------|-----------------------------|
| TESTS AT 950°C           |             |          |                  |                |         |                             |
| Specimen<br>i.d.         | Orientation | Environ. | Test conditions  |                |         | Pre-crack<br>length<br>(mm) |
|                          |             |          | Cycle definition | Frequency [Hz] | R-ratio |                             |
| X6748A1                  | A           | Vacuum   | 10/0/10/0        | 0,0500         | 0,1     | 11,03                       |
| X6748A3                  | A           | Air      | 10/0/10/0        | 0,0500         | 0,1     | 9,34                        |
| X6748B3                  | A           | Air      | 10/90/10/0       | 0,0091         | 0,1     | 11,26                       |
| X6748D2                  | A           | Vacuum   | 10/90/10/0       | 0,0091         | 0,1     | 10,40                       |

Figure 3.24: Tableau regroupant tous les essais de fissuration effectués sur l'AM1 bas soufre à 950°C. Les deux essais en grisé sont toujours en cours ou viennent de s'achever.

#### 3.3.1 Effet de la fréquence en fatigue et effet d'environnement

##### 3.3.1.1 Effet de fréquence

On compare le résultat de notre essai à 0,05 Hz sous air (X6748A3) à celui d'un essai mené par l'ONERA à 50 Hz dans l'air (référence X6345J/12). Deux différences existent entre l'essai ONERA et le nôtre : premièrement, le rapport de charge qu'ils appliquent vaut 0,05, contre 0,1 pour nous. La différence est a priori négligeable. Deuxièmement, ils utilisent une géométrie d'éprouvette SEN (Single Edge Notch) selon la procédure décrite par Bernède (Bernède, 1994). L'éprouvette finale fait 2 mm d'épaisseur et ne comporte pas d'entaille. Seule la préfissure demeure. Les fissures sont plus petites que dans nos essais car elles mesurent entre 0,86 mm au début de l'essai et 2,47 mm à la fin, mais ce ne sont pas des fissures très courtes. De plus, si l'on se réfère aux travaux de (Hicks et Brown, 1984) et (Defresne et Rémy, 1990), il n'y a pas d'effet net de fissure courte dans les superalliages monocristallins. A cette fréquence et pour une distance de propagation de  $\simeq 1,6$  mm, l'essai ne dure que quelques minutes, ce qui permet de négliger l'oxydation. Les résultats sont présentés sur la figure 3.25. Dans l'air, on constate que la vitesse de propagation à faible fréquence est nettement plus élevée que celle obtenue à haute fréquence (2 à 3 fois). Les deux courbes ont la même allure, avec notamment un exposant de Paris  $m$  proche de 2,5 pour les deux essais, si  $\Delta K > 15 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ . La différence de vitesse est encore plus grande aux faibles niveaux de chargement.

##### 3.3.1.2 Effet d'environnement

La figure 3.25 montre aussi les résultats de l'essai X6748A1 réalisé à 0,05 Hz sous vide. On peut voir sur cette figure que les vitesses de fissuration à faible fréquence sous vide et sous air sont très proches. Ce qui laisse à penser que la différence observée préalablement entre la haute fréquence et la basse fréquence sous air est due à un effet de fréquence pure, et pas à un effet d'oxydation. Il semble tout de même que les vitesses de fissuration sous vide soient légèrement supérieures aux vitesses de fissuration obtenues avec l'essai X6748A3. Cette

différence est ténue et des essais complémentaires seraient nécessaires avant de pouvoir dire que dans ces conditions l'oxydation ralentit la propagation de fissure.

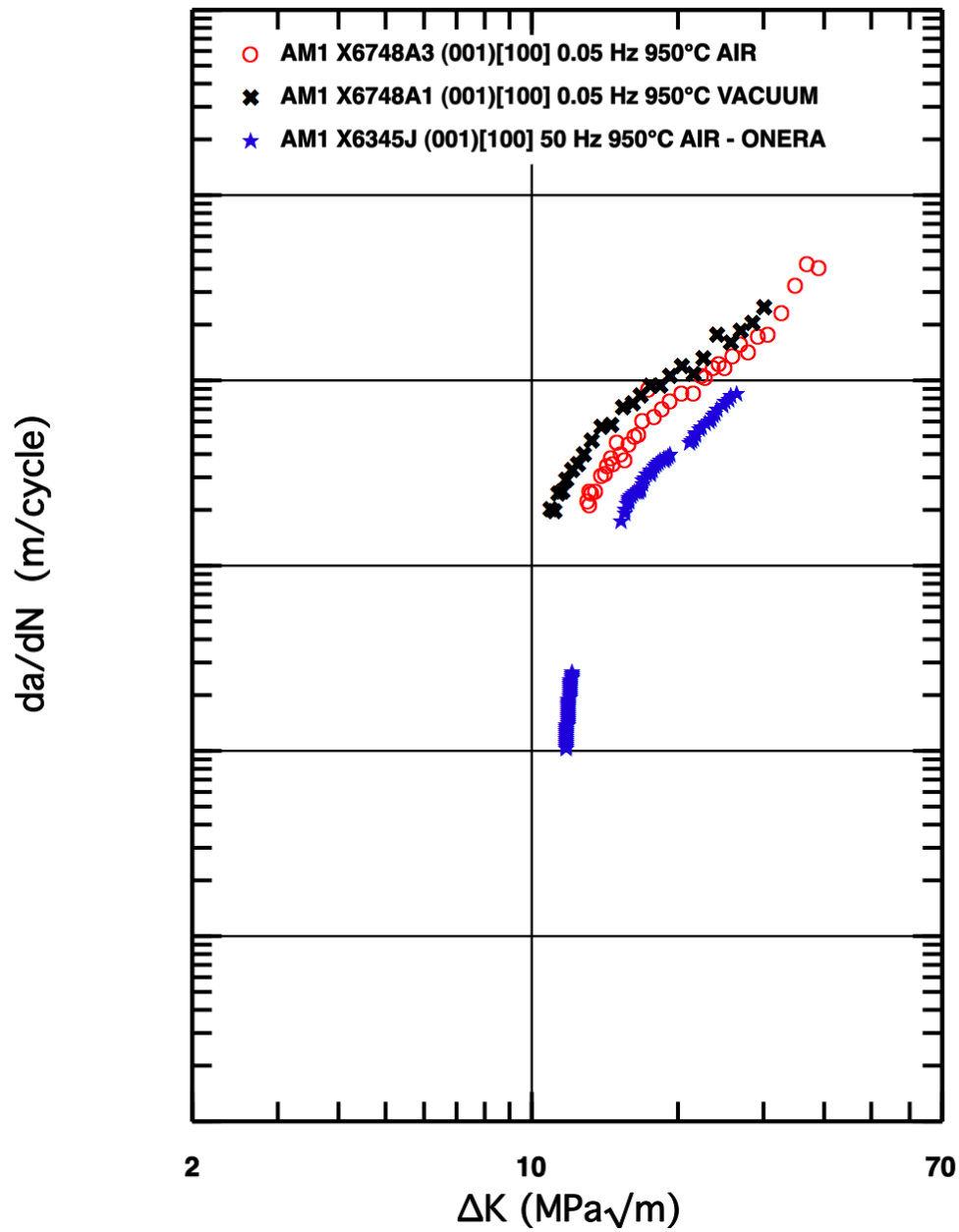


Figure 3.25: Courbe  $da/dN - \Delta K$  pour la propagation de fissure en fatigue dans l'AM1 bas soufre à 950°C. Orientation de fissure  $\gamma$  (001)[100].



### 3.4 Conclusions du chapitre 3

Dans ce chapitre, nous avons tout d'abord passé en revue les principaux outils de la mécanique de la rupture susceptibles d'être utilisés dans le cadre de la fissuration des superalliages monocristallins. Ces méthodes ont d'ailleurs été choisies par certains membres du projet pour modéliser la propagation de fissure. Nous avons aussi décrit les principales caractéristiques de la propagation des fissures en fatigue.

Notre étude expérimentale de la fissuration en fatigue et en fatigue-fluage du PWA1483 nous a permis de relever les points suivants :

- Pour le PWA1483, on observe une faible influence de l'orientation cristallographique sur la vitesse de propagation des fissures longues. L'orientation  $\gamma(111)[11\bar{2}]$  se démarque légèrement avec un exposant de Paris plus faible. Cette observation est analogue à celle faite par le BAM.
- Sous air, une faible fréquence de cyclage en fatigue engendre un décalage du seuil de propagation vers les grands  $\Delta K$ , aussi bien pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  que pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$ . Une légère accélération de la fissure est observée pour  $\Delta K$  inférieur à  $25 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  pour les deux orientations.
- La comparaison entre fatigue et fatigue-fluage permet de constater que l'ajout d'un temps de maintien de 90 secondes en traction n'accélère quasiment pas la vitesse de propagation de la fissure. Une comparaison de deux essais de fatigue-fluage à deux rapports de charge très différents permet de constater que l'alliage est peu sensible à une contrainte moyenne élevée. Ce n'est que lorsque l'amplitude de contrainte atteint une valeur suffisante que les effets de fluage interviennent nettement.
- L'effet de l'environnement a été étudié en fatigue à faible fréquence. Dans ces conditions, il est très limité. On observe principalement que le décalage du seuil de propagation n'a plus lieu.

En ce qui concerne l'AM1 bas soufre, l'étude de sa fissuration en fatigue à  $950^\circ\text{C}$  pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  a permis de relever les points suivants :

- On observe un effet de fréquence clair : les fissures propagent plus vite à faible fréquence.
- Par contre, la vitesse de fissuration ne dépend quasiment pas du milieu, ce qui signifie qu'a priori l'oxydation n'accélère pas la vitesse de propagation des fissures, voire les ralentit.



## Chapitre 4

# Fragilisation des superalliages par exposition à l'air à haute température

### Sommaire

---

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>4.1</b> | <b>Oxydation des superalliages à base de nickel . . . . .</b>             | <b>110</b> |
| 4.1.1      | Mécanismes d'oxydation surfacique - cas du PWA1483 et de l'AM1 . . .      | 110        |
| 4.1.2      | Interaction oxydation-déformation . . . . .                               | 118        |
| <b>4.2</b> | <b>Mise en évidence de la fragilisation du PWA1483 . . . . .</b>          | <b>121</b> |
| 4.2.1      | Essais de fissuration . . . . .   | 121        |
| 4.2.2      | Observation des éprouvettes de PWA1483 . . . . .                          | 124        |
| 4.2.3      | Conclusions sur la fragilisation du PWA1483 . . . . .                     | 143        |
| <b>4.3</b> | <b>Mise en évidence de la fragilisation de l'AM1 bas soufre . . . . .</b> | <b>143</b> |
| 4.3.1      | Rappels : étude de Fleury (1991) . . . . .                                | 143        |
| 4.3.2      | Essais de fissuration sur AM1 bas soufre . . . . .                        | 146        |
| 4.3.3      | Observation des éprouvettes d'AM1 bas soufre . . . . .                    | 147        |
| 4.3.4      | Conclusions sur la fragilisation de l'AM1 bas soufre . . . . .            | 150        |
| <b>4.4</b> | <b>Discussion . . . . .</b>   | <b>151</b> |
| 4.4.1      | Origines possibles de la fragilisation . . . . .                          | 151        |
| 4.4.2      | Lien entre longueur oxydée et longueur fragilisée . . . . .               | 151        |
| <b>4.5</b> | <b>Conclusions du chapitre 4 . . . . .</b>                                | <b>153</b> |

---

Le chapitre précédent traitait de la propagation de fissure en régime isotherme. Si cette caractérisation est nécessaire, elle n'est pas suffisante pour permettre d'élaborer des modèles de durée de vie prédictifs. En effet, les fissures qui s'amorcent dans les aubes de turbine se propagent sous un chargement de fatigue thermomécanique. Fleury (Fleury, 1991) a notamment montré sur l'AM1 standard que les différences entre l'endommagement en fatigue isotherme et l'endommagement en régime anisotherme sont grandes. L'exposition à l'air à haute température suivi d'une sollicitation à moyenne température est particulièrement endommageant. Nous nous sommes donc intéressés aux mécanismes d'oxydation qui interviennent à haute température. Dans ce chapitre, on résume d'abord les principales caractéristiques de l'oxydation des superalliages, en s'intéressant plus particulièrement au PWA1483. Puis on présente les résultats d'essais mécaniques de fissuration sur le PWA1483 et l'AM1 bas soufre. Des éprouvettes préfissurées sont exposées pendant une longue période (supérieure à 300 heures)

dans un four, à l'air. Puis on les sollicite et on analyse la propagation de fissure. On peut ainsi mettre en évidence une fragilisation du matériau par rapport au matériau non exposé. Plusieurs observations et analyses sont alors réalisées pour comprendre l'origine du mécanisme. L'objectif est d'exploiter ces résultats pour enrichir la formulation des modèles pour les simulations de propagation de fissure en régime anisotherme.

### 4.1 Oxydation des superalliages à base de nickel

On s'intéresse dans cette partie aux mécanismes principaux d'oxydation des superalliages monocristallins à base de nickel, en partant des études faites sur leurs homologues polycristallins. On explicite les phénomènes d'oxydation préférentielle et d'interaction entre la déformation et l'oxydation.

#### 4.1.1 Mécanismes d'oxydation surfacique - cas du PWA1483 et de l'AM1

##### 4.1.1.1 Principes généraux

Les superalliages à base de nickel doivent résister d'une part à l'oxydation à haute température occasionnée par les gaz de combustion et d'autre part aux phénomènes de corrosion à chaud causés par les sels présents dans l'air. C'est pourquoi ils contiennent une large proportion de chrome et d'aluminium. Ces deux éléments ont en effet une affinité importante avec l'oxygène et forment des oxydes stables à la surface de l'alliage, qui protègent le substrat. De nombreux oxydes peuvent se former en fonction de la composition chimique des alliages. La morphologie des couches d'oxyde et leur composition varient en fonction du temps d'exposition. Les réactions chimiques et les vitesses de diffusion interagissent pour contrôler ce phénomène. De plus, d'autres facteurs, mécaniques par exemple (apparition de pores, écaillage), peuvent intervenir, ce qui rend la compréhension et la modélisation de la corrosion particulièrement ardues. Globalement, la vitesse de la réaction de corrosion est celle du processus le plus lent de la chaîne d'événements la plus rapide. Dans le cas des superalliages à base de nickel, on constate souvent une cinétique d'oxydation dite parabolique, c'est-à-dire vérifiant la relation :

$$\left(\frac{\Delta m}{S}\right)^2 = K_p t \quad (4.1)$$

où  $\Delta m/S$  est l'augmentation de masse de l'échantillon considéré rapportée à la surface exposée.  $K_p$  est la constante d'oxydation (exprimée en  $[M]^2[L]^{-4}[T]^{-1}$ ), et  $t$  est le temps d'exposition.

Cette relation est souvent exprimée comme l'évolution de l'épaisseur d'oxyde  $e_{ox}$  en fonction du temps :

$$e_{ox}^2 = K_c t \quad (4.2)$$

où  $K_c$  est la constante d'oxydation exprimée en  $[L]^2[T]^{-1}$ . Elle est liée à  $K_p$  par la relation :

$$K_c = \left(\frac{M_{ox}}{b \rho_{ox} M_O}\right)^2 K_p \quad (4.3)$$

où  $\rho_{ox}$  est la masse volumique de l'oxyde,  $M_{ox}$  la masse molaire de l'oxyde et  $M_O$  la masse molaire de l'oxygène.

Cette cinétique d'oxydation parabolique correspond à une croissance de l'oxyde contrôlée par la diffusion (théorie de Wagner, 1952). Le film d'oxyde formé à la surface du métal joue le rôle

d'une barrière de diffusion pour les ions. Pour la matrice de l'alliage polycristallin IN100 (en l'absence de contrainte), c'est cette cinétique qui prévaut (Réger, 1984). De même, Bernède trouve cette cinétique pour la matrice de l'Astroloy (Bernède, 1994), ainsi que Fleury (Fleury, 1991) pour l'AM1 standard. Il convient de noter que cette cinétique est susceptible d'évoluer. Si un écaillage se produit à la suite d'incompatibilités de déformation entre le substrat et l'oxyde, le métal peut être mis à nu, ce qui accélère alors l'oxydation. La cinétique devient linéaire.

De nombreux auteurs ont constaté un phénomène d'oxydation préférentielle : l'oxydation est inhomogène et pénètre plus rapidement dans le métal au niveau des espaces interdendritiques (MarM509, à base de cobalt : (Francois, 1989) et IN100, à base de nickel : (Réger, 1984)) ou des joints de grain ((Wood *et al.*, 1983) pour des alliages nickel-chrome et (Bernède, 1994) pour l'Astroloy). L'explication souvent fournie est que ces zones contiennent des éléments chimiques qui ont une grande affinité avec l'oxygène (titane, aluminium, mais aussi carbures aux joints de grain). Cette oxydation pénétrante suit souvent une cinétique en  $t^{1/4}$ , qui est généralement justifiée avec le modèle de Fisher (Fisher, 1951) pour la diffusion aux joints de grain.

#### 4.1.1.2 Cas du PWA1483

Une étude approfondie de l'oxydation statique du PWA1483 a été effectuée par A. Pfennig dans le cadre du projet européen SOCRAX (Pfennig, 2005). Il s'agissait d'étudier la cinétique de l'oxydation statique et la morphologie des oxydes afin d'en tenir compte dans les modèles de propagation de fissure. Des pions de 12 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur sont coupés perpendiculairement à l'axe [001] et oxydés à 950°C dans l'air pendant 10 minutes, 0,5h, 1h, 2h, 3h, 4h, 5h, 10h, 15h, 20h, 120h et 1000h. La cinétique d'oxydation est alors étudiée en termes de prise de masse et de variation d'épaisseur. Les phases formées sont analysées aux rayons X, et leur morphologie est observée par microscopie optique et électronique. Ceci permet d'établir le scénario d'oxydation de l'alliage à 950°C.

**L'étude de la cinétique** par des mesures de masse permet de mettre en évidence une cinétique parabolique, classique pour ces alliages (figure 4.1). L'oxydation commence rapidement, puis ralentit grâce aux films d'oxydes protecteurs qui se forment à la surface du métal. La constante d'oxydation  $K_p$  vaut en moyenne  $3,92.10^{-6} \text{ mg}^2.\text{cm}^{-4}.\text{s}^{-1}$  entre 0 et 120h. Si l'on s'intéresse à l'épaisseur totale de la zone affectée par l'oxydation (figure 4.2), on constate que la cinétique est en  $t^{1/3}$ . Il convient de noter que cette épaisseur totale inclut la zone de l'alliage dans laquelle les précipités  $\gamma'$  sont dissous (voir plus loin la morphologie des couches). Après 120h, on constate que l'accroissement de l'épaisseur se poursuit. En réalité, l'épaisseur de la couche externe d'oxydation tend à augmenter et celle de la couche interne tend à diminuer, si bien que leur épaisseur totale n'évolue plus. C'est la zone de dissolution des précipités qui augmente fortement et cela explique que l'épaisseur totale affectée par l'oxydation s'accroisse (figure 4.2).

L'oxydation commence immédiatement après l'exposition à l'air à 950°C, puisque les analyses par diffraction des rayons X montrent des traces d'oxydes après seulement 10 minutes. Les oxydes  $TiO_2$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $NiTaO_4$  et  $NiTiO_3$  se forment en premier. Au bout de 30 minutes,  $(Ni/Co)Cr_2O_4$  apparaît et sa fraction volumique croît dès lors avec le temps d'exposition. La figure 4.3 permet de constater la présence de ces oxydes ainsi que celle du nickel du substrat, qui n'est pas encore totalement recouvert par les oxydes même après 120h de traitement.

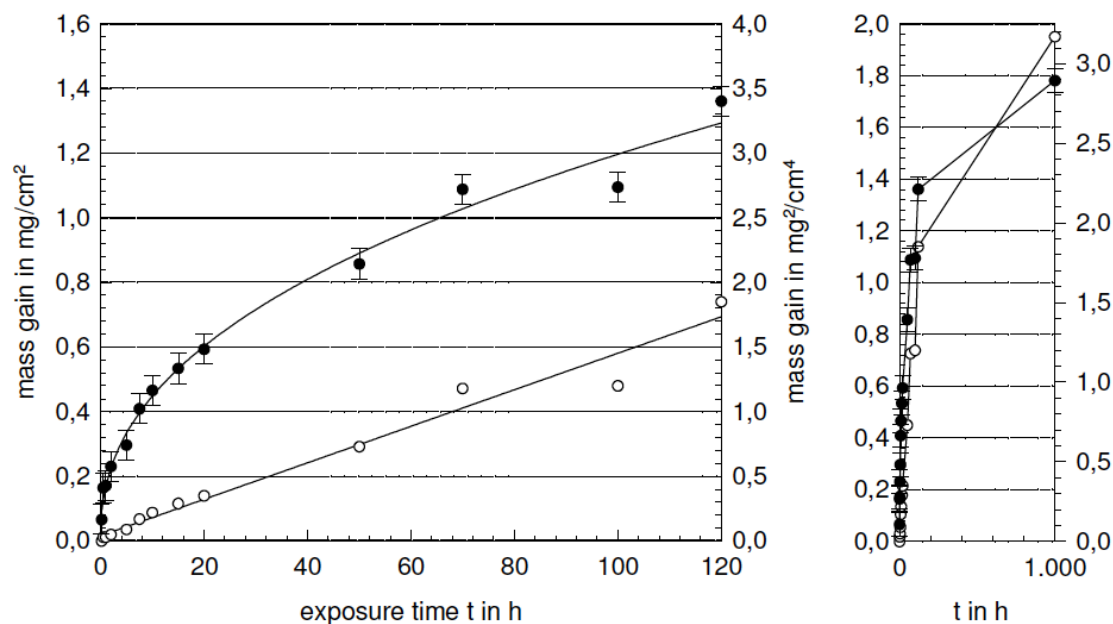


Figure 4.1: Gain de masse des échantillons de PWA1483 oxydés à  $950^\circ\text{C}$ , suivant une loi parabolique. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

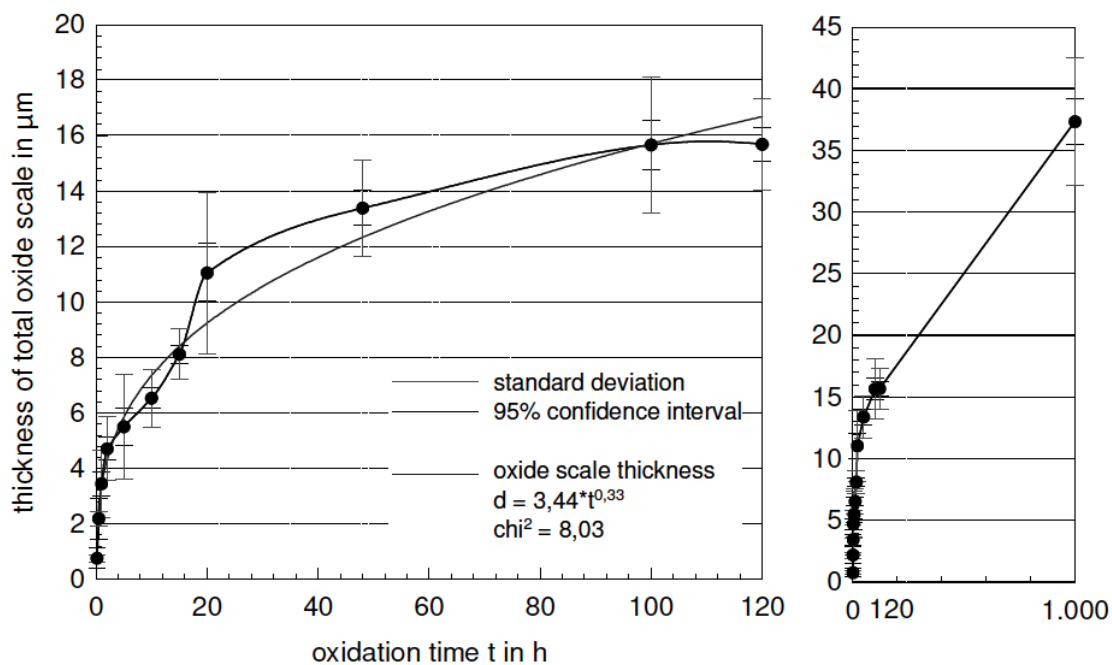


Figure 4.2: Epaisseur totale moyenne de la zone affectée par l'oxydation {couche externe + couche interne + zone de dissolution des  $\gamma'$ }. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

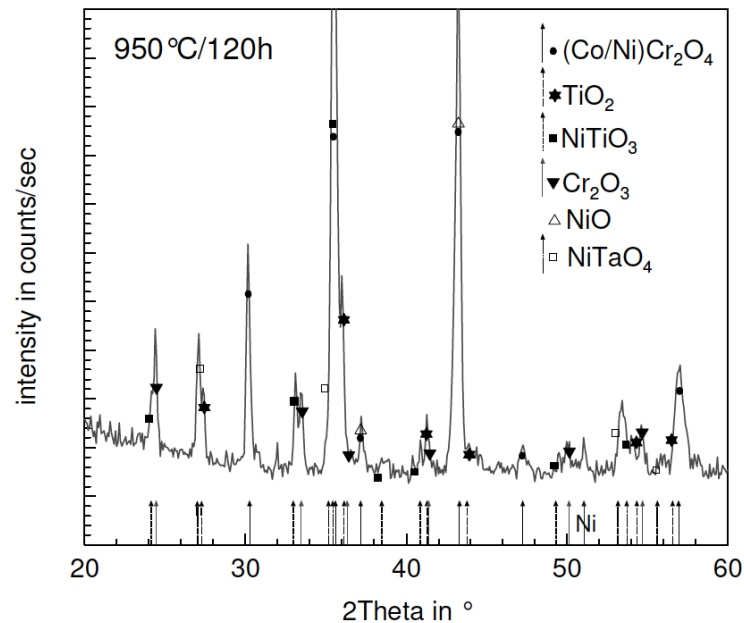


Figure 4.3: Diagramme de diffraction de l'échantillon exposé à 950°C durant 120h dans l'air. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

**Les observations de la surface exposée** par microscopie optique montrent une oxydation plus importante dans les espaces interdendritiques que dans les dendrites (figure 4.4), ce qui est classique avec ce type d'alliage. L'oxydation s'initie à certains points dans ces zones, puis s'étend. Comme on peut le voir sur les observations optiques de sections (figure 4.5), la zone oxydée s'épaissit avec le temps, et sa morphologie change. Dès 0,5h, on peut commencer à distinguer 3 zones différentes : en partant de l'extérieur, à gauche, on observe une couche d'oxydation externe puis une couche d'oxydation interne et enfin une zone de modifications microstructurales. Par ailleurs, on constate qu'il y a une grande variabilité de l'épaisseur des couches. La figure 4.6 montre deux cas extrêmes : sur la gauche, une pénétration particulièrement importante de l'oxydation, alors que sur la droite de la figure on peut voir un carbure oxydé qui crée une protubérance en surface.

**Les analyses chimiques** par XRD (X-Ray Diffraction) et par EDS (Energy Dispersive Spectrography) permettent de déterminer la composition chimique des différentes couches observées à partir de 30 minutes d'oxydation. Les phases mises en évidence sont indiquées sur deux micrographies MEB, sur les figures 4.7 et 4.8. Les trois "couches" d'oxyde sont bien visibles sur la figure 4.8. Après 15 heures de traitement à l'air, la couche externe est composée uniquement d'oxydes répartis sur deux sous-couches : une première sous-couche d'environ 2  $\mu\text{m}$  contenant des oxydes de titane  $\text{TiO}_2$  et  $\text{NiTiO}_3$  et une petite quantité d'oxyde de nickel  $\text{NiO}$ . A ce film s'ajoute une seconde sous-couche de 2 à 4  $\mu\text{m}$  riche en chrome, contenant  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $(\text{Ni}, \text{Co})\text{Cr}_2\text{O}_4$  et  $\text{NiTaO}_4$ . La frontière avec la couche dite d'oxydation interne n'est pas très bien définie. On remarque cependant qu'elle est caractérisée par la présence d'une épaisseur d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de 0,5  $\mu\text{m}$  qui marque le passage à une zone où l'alliage est pauvre en chrome et cobalt. C'est cette région de 4 à 6  $\mu\text{m}$  où le superalliage est appauvri en phase  $\gamma'$  et contient une importante proportion d'alumine qui est appelée couche d'oxydation interne. Enfin, la troisième couche est une zone de transition avec le substrat vierge, caractérisée elle aussi par un appauvrissement en  $\gamma'$  mais riche en précipités de nitrure de titane. Cette troisième couche, distincte de la couche d'oxydation interne, est mesurable après 5 heures

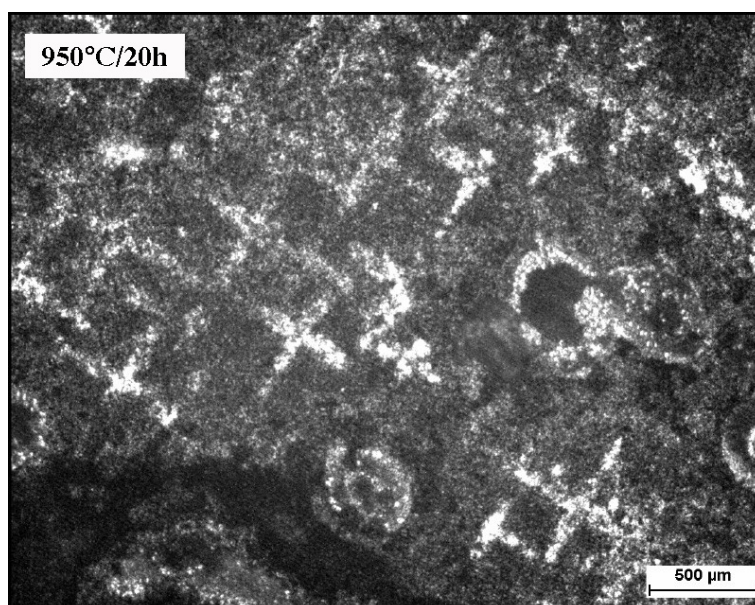


Figure 4.4: Micrographie optique de la surface de l'échantillon de PWA1483 oxydé pendant 20 heures. Les espaces interdendritiques, plus oxydés que les dendrites, apparaissent sombres. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

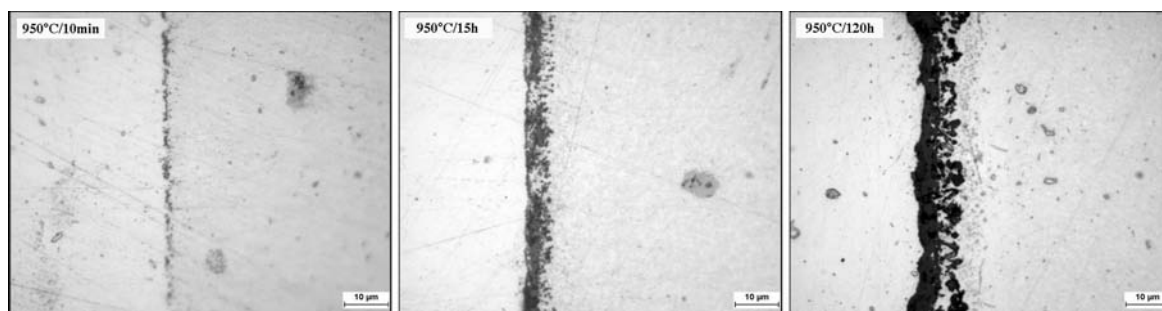


Figure 4.5: Micrographies optiques de sections d'échantillons oxydés 10 min, 15h et 120h. On peut voir l'épaisseur oxydée augmenter et la morphologie des couches changer. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

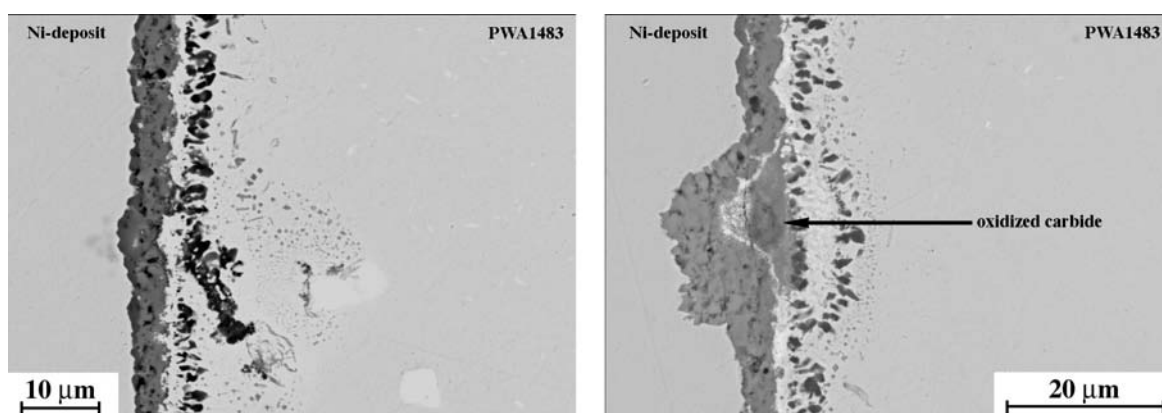


Figure 4.6: Micrographie MEB de l'échantillon oxydé à 950°C pendant 120h. A gauche, on observe une oxydation interne particulièrement profonde, alors qu'à droite on voit à l'inverse une protubérance due à un carbure oxydé. Etude du BAM (Pfennig, 2005).



d'exposition.

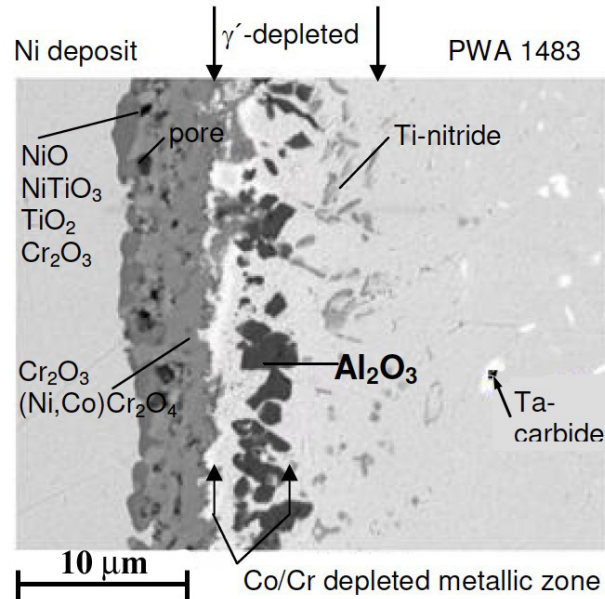


Figure 4.7: Coupe de l'échantillon oxydé 950°C/120h. Morphologie des phases formées. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

Pour toutes les durées d'exposition, la couche externe est caractérisée par la présence de pores et de fissures (figure 4.7 par exemple). La couche d'oxydation interne est irrégulière. Lorsque la durée d'exposition augmente, la couche d'oxydation interne contenant l'alumine est "comprimée". Si l'on compare la figure 4.7 qui représente la section après 120h et la figure 4.9 qui montre la section après 1000h de traitement, on constate que l'épaisseur de l'ensemble {couche externe + couche interne} est restée constante (proche de 10  $\mu\text{m}$ ), comme nous l'avions évoqué en début de section. Cependant, la couche interne a été compressée, formant un film dense de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . L'épaisseur de la troisième couche contenant les nitrures de titane a augmenté (de 6  $\mu\text{m}$  après 120h à 26  $\mu\text{m}$  après 1000h) et on trouve des précipités de forme carrée en plus de ceux en forme d'aiguilles. La figure 4.10 schématise la composition des différentes couches d'oxydes en fonction de la durée d'oxydation.

**Pour résumer**, on peut dire que l'oxydation débute immédiatement après exposition à haute température. Elle survient d'abord dans les zones interdendritiques qui sont riches en éléments ayant une bonne diffusivité et une forte affinité avec l'oxygène (*Ta*, *Al*, *Ti*, *Cr*). Les oxydes suivants se forment en surface :  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{NiO}$  et  $(\text{Ni}/\text{Co})\text{O}$ . Ces oxydes denses forment une barrière de diffusion, notamment pour l'oxygène. Ainsi, plus l'épaisseur d'oxyde augmente, plus la vitesse de la réaction décroît. La suite de l'oxydation résulte de la combinaison des phénomènes suivants : réactions chimiques, diffusion, et même évaporation (pour le  $\text{NiO}$  par exemple). Dès 30 minutes, des réactions chimiques à l'état solide ont lieu : par exemple,  $(\text{Ni}/\text{Co})\text{O}$  réagit avec  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  pour former  $(\text{Ni}/\text{Co})\text{Cr}_2\text{O}_4$ . Ces oxydes sont plus stables et forment un film plus dense que les oxydes initiaux.

La diffusion initiale de l'oxygène dans l'alliage entraîne un phénomène d'oxydation interne qui est entretenu par la perméabilité relative du film d'oxydes formé initialement (composé de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{NiO}$  et  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ). L'oxydation interne commence au niveau des carbures de tantalum tels que  $\text{TaC}$ . De l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , très stable, est formée. Dans cette zone, l'alliage est appauvri en chrome et en cobalt, éléments qui diffusent pour former les oxydes de la surface. La

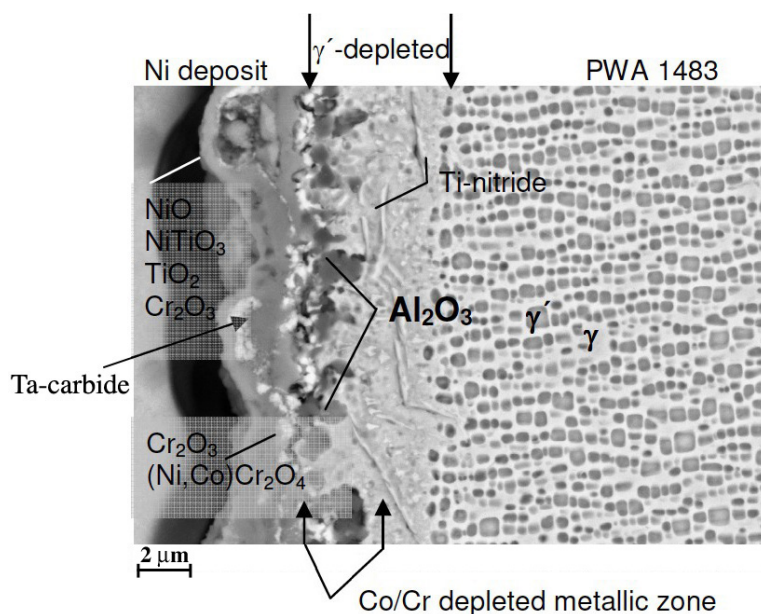


Figure 4.8: Coupe de l'échantillon oxydé 950°C/15h après attaque chimique. Morphologie des phases formées. Etude du BAM (Pfennig, 2005).



Figure 4.9: Micrographie optique de la section de l'échantillon oxydé 1000h à 950°C. On peut voir le film dense d'alumine à l'interface entre la couche externe et la zone riche en nitrure de titane. Etude du BAM (Pfennig, 2005).

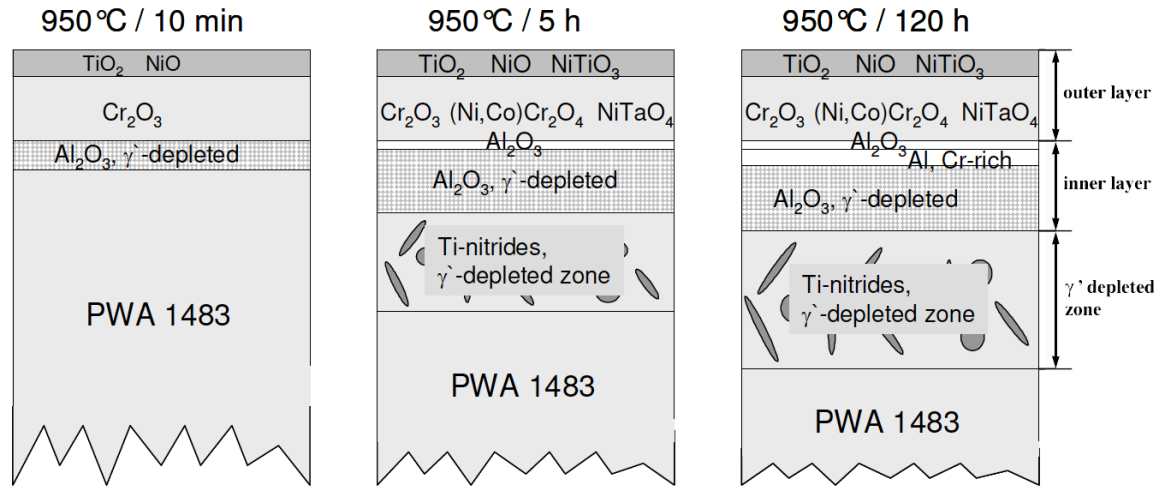


Figure 4.10: Schéma illustrant le processus d'oxydation du PWA1483 à 950°C. Etude du BAM (Pfen-nig, 2005).

formation de l'alumine entraîne une dissolution des précipités  $\gamma'$  qui se poursuit jusque dans la zone riche en nitrures de titane. Lorsque le temps d'exposition augmente, cette troisième couche croît, comme la couche d'oxydes externe, alors que la zone d'oxydation interne (riche en  $Al_2O_3$ ) est compressée.

#### 4.1.1.3 Cas de l'AM1

Dans le cadre de sa thèse sur l'endommagement de l'AM1, Fleury (Fleury, 1991) a étudié l'oxydation statique de l'AM1 standard ( $\simeq 2$  ppm de soufre) à  $950^\circ\text{C}$ , en exposant des échantillons à l'air pendant 10h, 27h et 100h. Il trouve une cinétique parabolique, avec une constante d'oxydation  $\alpha_m = 2,02 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1/2}$ . Les résultats sont présentés sur la figure 4.11.

Il constate aussi une oxydation en trois couches (figure 4.12). L'analyse qualitative par microsonde révèle la composition suivante :

- une couche externe constituée principalement d'oxyde de nickel  $NiO$  avec la présence de cobalt et de chrome sous la forme de  $(Ni,Co)O$  et  $NiCr_2O_4$  ;
- une deuxième couche composée de deux sous-couches : une première composée majoritairement de nickel et une deuxième comportant cobalt, titane, tantale et aluminium ;
- une couche d'oxydation interne fine et discontinue. Cette couche est trop fine pour être bien analysée et on peut seulement dire qu'elle contient de l'aluminium, du chrome et du titane après 27 heures d'exposition. Pour 100 heures d'exposition, cette couche est riche en aluminium.

A cela s'ajoute une zone appauvrie en précipités sous l'oxyde. Même si cette structure n'est pas strictement identique à celle observée sur le PWA1483, les analogies sont nombreuses : oxydes de nickel et de chrome en surface, couche d'oxydation interne discontinue et riche en aluminium ( $Al_2O_3$ ). Cependant, la deuxième couche qu'évoque Fleury n'a pas été identifiée par Pfennig sur le PWA1483. La forte analogie entre l'oxydation du PWA1483 et celle de l'AM1 se comprend puisque les deux alliages ont des compositions très proches (tableau 1.1, chapitre 1). Notons cependant que Fleury n'évoque pas les nombreux carbures mentionnés dans l'étude sur le PWA1483. Ceci n'est pas étonnant puisque le PWA1483 est connu pour ses hautes teneurs en carbone qui améliorent la résistance d'éventuels joints de grain par précipitation de carbures.

#### 4.1.2 Interaction oxydation-déformation

De nombreux auteurs ont constaté une forte accélération de la cinétique d'oxydation lors d'un cyclage en fatigue. Ce phénomène doit être particulièrement pris en considération lorsqu'une fissure est présente dans le matériau, puisque les niveaux de déformation à la pointe de la fissure sont généralement importants. En 1974, Ward et ses collègues (Ward *et al.*, 1974) ont observé que la couche d'oxyde formée en surface d'un acier bas carbone augmente avec la contrainte appliquée. Ceci n'est vrai que si la contrainte dépasse un seuil. Ultérieurement, ce phénomène a été observé sur des superalliages polycristallins à base de cobalt (Mar-M509 : (Reuchet, 1981; Francois, 1989)) et de nickel (IN100 : (Réger, 1984; Réger et Rémy, 1988)). Le cyclage de fatigue accélère aussi bien l'oxydation superficielle que l'oxydation préférentielle dans le matériau.

Sur le Mar-M509, l'oxydation surfacique est accélérée par la déformation plastique. La cinétique en  $t^{1/2}$  est conservée, mais la constante d'oxydation change : Reuchet et Rémy (Reuchet et Rémy, 1983) ont proposé le modèle suivant :

$$\alpha_m = \alpha_m^0 (1 + K_m \Delta \epsilon_{in}) \quad (4.4)$$

où  $\alpha_m^0$  est la constante d'oxydation de la matrice sans charge (exprimée en  $[L].[T]^{-1/2}$ ), et  $K_m$  est une constante égale à  $1,67 \cdot 10^3$ .

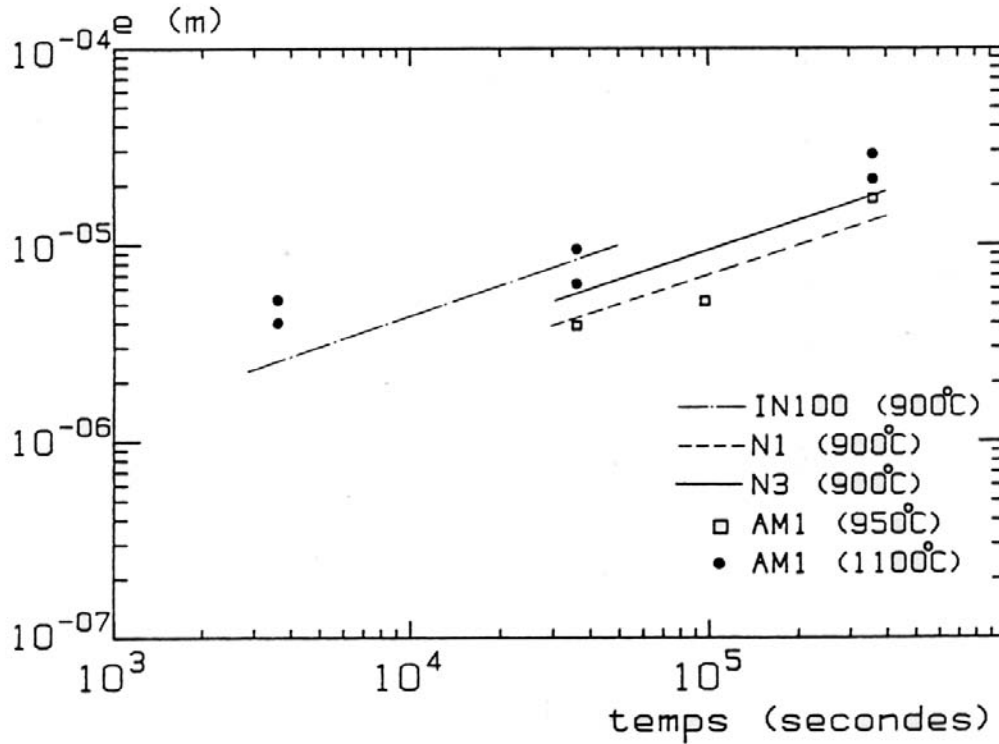


Figure 4.11: Résultats de l'étude sur la cinétique d'oxydation statique de l'AM1 standard menée par Fleury (Fleury, 1991). Les valeurs sont comparées à celles obtenues avec d'autres superalliages à base de nickel.

Par contre l'oxydation préférentielle interdendritique n'est que faiblement couplée à la déformation plastique. Ceci n'a lieu qu'au delà d'une amplitude de déformation inélastique seuil  $\Delta\epsilon_{in,0}$  supérieure à  $7,5 \cdot 10^{-4}$ . On a alors :

$$\alpha_c = \alpha_c^0 \frac{\Delta\epsilon_{in}}{\Delta\epsilon_{in,0}} \quad (4.5)$$

où  $\alpha_c^0$  est la constante d'oxydation préférentielle en l'absence de charge.

Dans le cas de l'IN100, Réger (Réger, 1984) a montré que l'accélération de l'oxydation de la matrice est due à la rupture du film d'oxydes, qui découvre le substrat (Réger et Rémy, 1988). Il ne trouve pas d'interaction entre l'oxydation préférentielle interdendritique et la déformation plastique dans le cas de l'IN100.

Pour l'Astroloy, alliage à base de nickel obtenu par métallurgie des poudres, Bernède (Bernède, 1994) a étudié l'influence d'un chargement cyclique à  $650^\circ\text{C}$  sur la pénétration d'oxyde intergranulaire. Il constate une augmentation très nette de la profondeur d'oxyde lorsque l'éprouvette est chargée. La cinétique d'oxydation reste en  $t^{1/4}$ , mais un cyclage à  $\Delta\epsilon_t = 3\%$  multiplie la constante d'oxydation pénétrante par 18 ! La formule proposée pour modéliser ceci est :

$$\left(\frac{\alpha_p}{\alpha_0}\right)^4 = 1 + \left(\frac{\Delta\epsilon_{in}}{\epsilon^*}\right)^p \quad (4.6)$$

avec  $\epsilon^* = 1,0109 \cdot 10^{-4}$ ,  $p = 2,25211$  et  $\alpha_0 = 2,07 \cdot 10^{-8} \text{ m.s}^{-1/4}$ , constante de l'oxydation

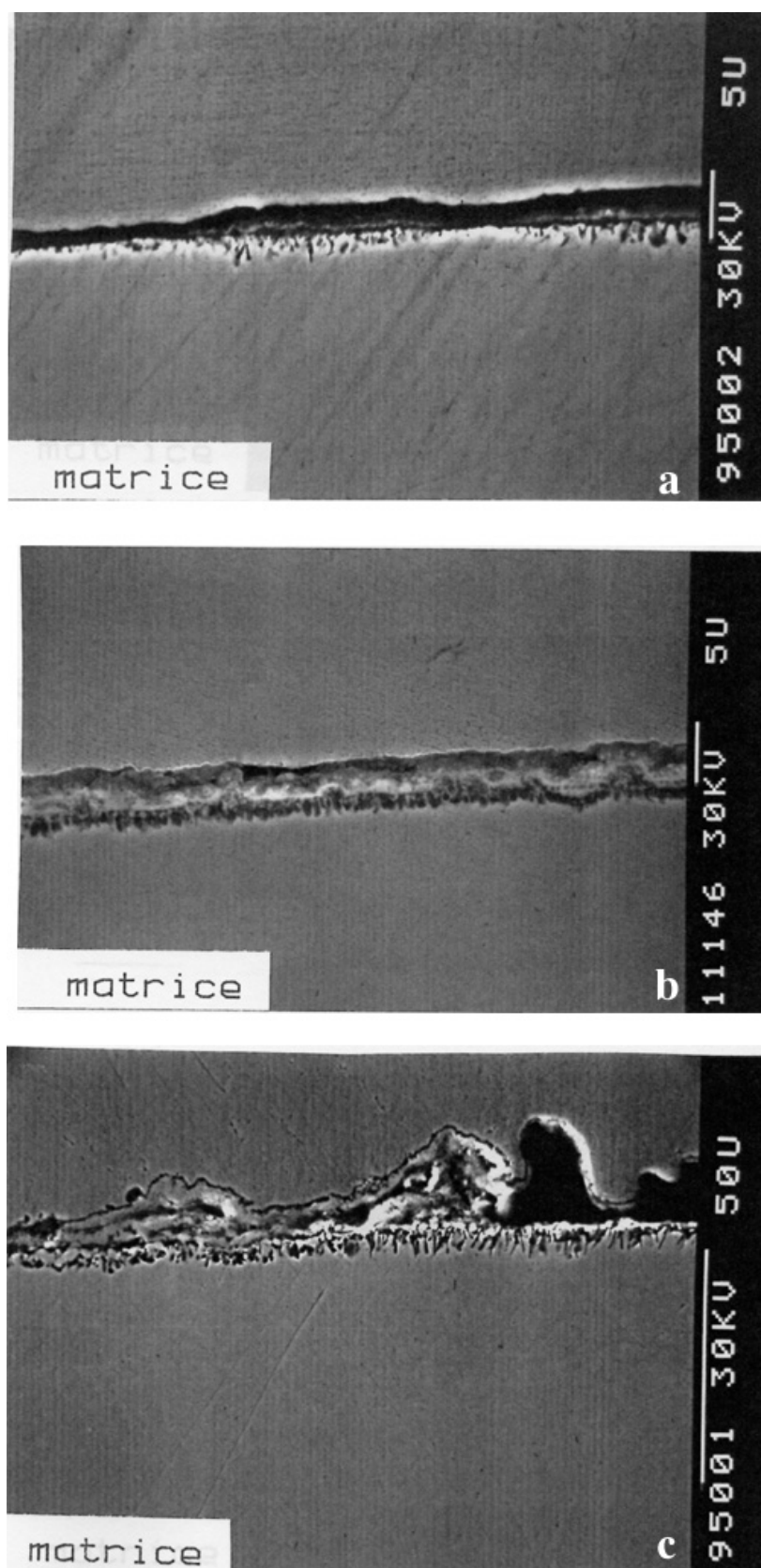


Figure 4.12: Micrographie MEB illustrant l'oxydation de l'AM1 à 950°C sous air. (a) après 10 heures ; (b) après 27 heures ; (c) après 100 heures.

pénétrante en l'absence de charge.

Une synthèse portant sur les effets de l'oxydation sur la fatigue et le fluage, ainsi que sur les mécanismes d'interaction entre l'oxydation et la fatigue est disponible dans (Rémy, 1992).

## 4.2 Mise en évidence de la fragilisation du PWA1483

Dans cette partie on étudie l'influence d'un traitement thermique isotherme (950°C) à l'air sur une éprouvette CT préfissurée, sans qu'une charge ne soit appliquée. On explique d'abord la méthodologie expérimentale puis on présente les résultats des analyses fractographiques et chimiques.

### 4.2.1 Essais de fissuration

Deux éprouvettes CT  $\succ(001)[100]$  sont usinées à partir d'une plaque commune de PWA1483. L'orientation réelle des éprouvettes est très proche de l'orientation idéale. Toutes les éprouvettes sont préfissurées à 650°C suivant la méthode à chargement décroissant explicitée au chapitre 1. Dans le tableau 4.13 figurent les conditions en fin de préfissuration pour chacune des éprouvettes ( $K_{max}$ , rayon plastique maximum en contraintes planes et déformations planes <sup>1</sup>). Après préfissuration jusqu'à  $a/w=0,3$  tous les essais de fissuration sont effectués à 750°C, avec un rapport de charge classique de 0,1. Cette température permet d'avoir un comportement plus "ductile" qu'à 650°C, ce qui limite le risque de bifurcation de fissure. Effectuer l'essai de fissuration à 950°C aurait pu perturber le résultat en raison de l'oxydation supplémentaire qui se produirait durant la fissuration.

Un essai de référence (éprouvette 104B1A) est réalisé immédiatement après préfissuration à 20 Hz, sans que l'éprouvette n'ait subi de traitement de préoxydation. La haute fréquence choisie permet de considérer que l'oxydation est négligeable. La courbe  $da/dN - \Delta K$  obtenue est visible sur la figure 4.14. Le seuil de propagation de fissure <sup>2</sup> est légèrement inférieur à 10 MPa. $\sqrt{m}$ . La courbe a une allure classique, avec un régime de Paris atteint à partir de 14 MPa. $\sqrt{m}$ .

Deux éprouvettes (104B2A, 104B3A) sont exposées après préfissuration à l'air à 950°C sans charge durant respectivement 300 et 1200 heures <sup>3</sup>. On effectue ensuite l'essai de propagation de fissure proprement dit. La procédure diffère de celle expliquée au chapitre 1. Afin d'éviter tout risque de rupture brutale de l'éprouvette et d'avoir le temps d'observer les phénomènes qui se produisent, la fréquence de chargement est fixée à 0,1 Hz et le chargement a une amplitude croissante. On commence par appliquer une charge très faible ( $P_{max}$  de l'ordre de 200 N, ce qui correspond à un  $\Delta K$  de 1 à 2 MPa. $\sqrt{m}$ ). Dès ce niveau de charge, le potentiel du suiveur de fissure varie très nettement, ce qui semble indiquer une propagation de la fissure. On augmente la charge par palier de 200 N, et à chaque palier on observe un saut très net du potentiel électrique, suivi d'une stabilisation. On continue la procédure jusqu'à ce que le potentiel ne change pas après deux augmentations consécutives du niveau de charge, ce qui

---

<sup>1</sup>Le rayon plastique est évalué à partir des formules classiques isotropes d'Irwin :  $r_p = \frac{1}{n\pi} \left( \frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2$ , où  $n = 1$  en contraintes planes, et  $n = 3$  en déformations planes.

<sup>2</sup>Nous n'avons pas effectué un essai "de seuil" spécifique, à charge décroissante, pour l'essai de référence. Il est néanmoins clairement visible que le seuil de fissuration est proche de 10 MPa. $\sqrt{m}$ .

<sup>3</sup>Un essai a été mené sur une éprouvette soumise à un traitement de 750 heures à 950°C. Le phénomène de fragilisation est aussi observé, mais une hétérogénéité matériau rend la mesure de la zone fragilisée impossible. Pour cette raison, nous avons choisi de ne pas présenter les résultats de cet essai.

indique que la fissure a atteint le matériau non affecté par le traitement thermique. A ce moment, on arrête l'essai et on mesure optiquement la longueur de fissure. On constate dans les deux cas un incrément de longueur à la surface libre. Ceci permet d'écarter l'hypothèse d'une rupture du seul film d'oxyde (semi-conducteur) comme origine des sauts de potentiel constatés. On reprend alors l'essai à 20 Hz, comme pour l'essai de référence.

Les courbes de vitesse de fissuration sont visibles sur la figure 4.14. On constate dans tous les cas qu'il y a propagation bien en dessous du seuil de fissuration observé pour l'essai de référence. Les vitesses de propagation de fissure sont très élevées (de l'ordre de  $10^{-5}$  à  $10^{-6}$  m/cycle), ce qui nous permet de parler de fragilisation du matériau. Lorsque l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes augmente, la vitesse de la fissure décroît globalement, puis les courbes des essais sur éprouvettes fragilisées rejoignent la courbe de référence à 750°C–20 Hz, avec une précision remarquable. Les mesures optiques de longueur de fissure indiquent une progression de la fissure en surface d'environ 80  $\mu$ m pour 950°C/300h et pour 950°C/1200h. Cependant, ces mesures ne sont pas suffisantes puisqu'elles n'indiquent pas la profondeur fragilisée au coeur de l'éprouvette. C'est pourquoi les longueurs fragilisées sont mesurées à partir d'une analyse du faciès de rupture des éprouvettes. Elles sont reportées dans le tableau 4.13. Notons que le potentiel électrique ne permet pas d'obtenir une mesure fiable de la taille de la zone fragilisée. En effet, l'exposition à haute température combinée à la présence d'oxyde semi-conducteur et à une taille de zone plastique comparable à l'avancée de fissure font que la résistivité locale du matériau n'est pas uniforme. C'est pourquoi un recalage du potentiel électrique est effectué.

| <b>PWA1483 (001)[100]</b> |                                  |                              |                             |       |             |                     |                    |   |   |  |
|---------------------------|----------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-------|-------------|---------------------|--------------------|---|---|--|
| Specimen<br>i.d.          | Oxidation<br>temperature<br>(°C) | Oxidation<br>duration<br>(h) | Pre-crack<br>length<br>(mm) | a/w   | Pmax<br>(N) | Kmax<br>Mpa.sqrt(m) | da/dN<br>(m/cycle) | plastic zone size<br>(plane strain)<br>( $\mu$ m) | plastic zone size<br>(plane stress)<br>( $\mu$ m) | Embrittled<br>length $l_e$<br>( $\mu$ m) |
| 10462A                    | 950                              | 300                          | 9,69                        | 0,303 | 1400        | 7,43                | 1,52E-10           | 6,2   | 18,7  | 70                                       |
| 10463A                    | 950                              | 1200                         | 9,91                        | 0,310 | 1400        | 7,55                | 1,16E-08           | 6,4   | 19,3  | 100                                      |

Figure 4.13: Résultats des essais de fragilisation menés sur le PWA1483 préoxydé à 950°C.



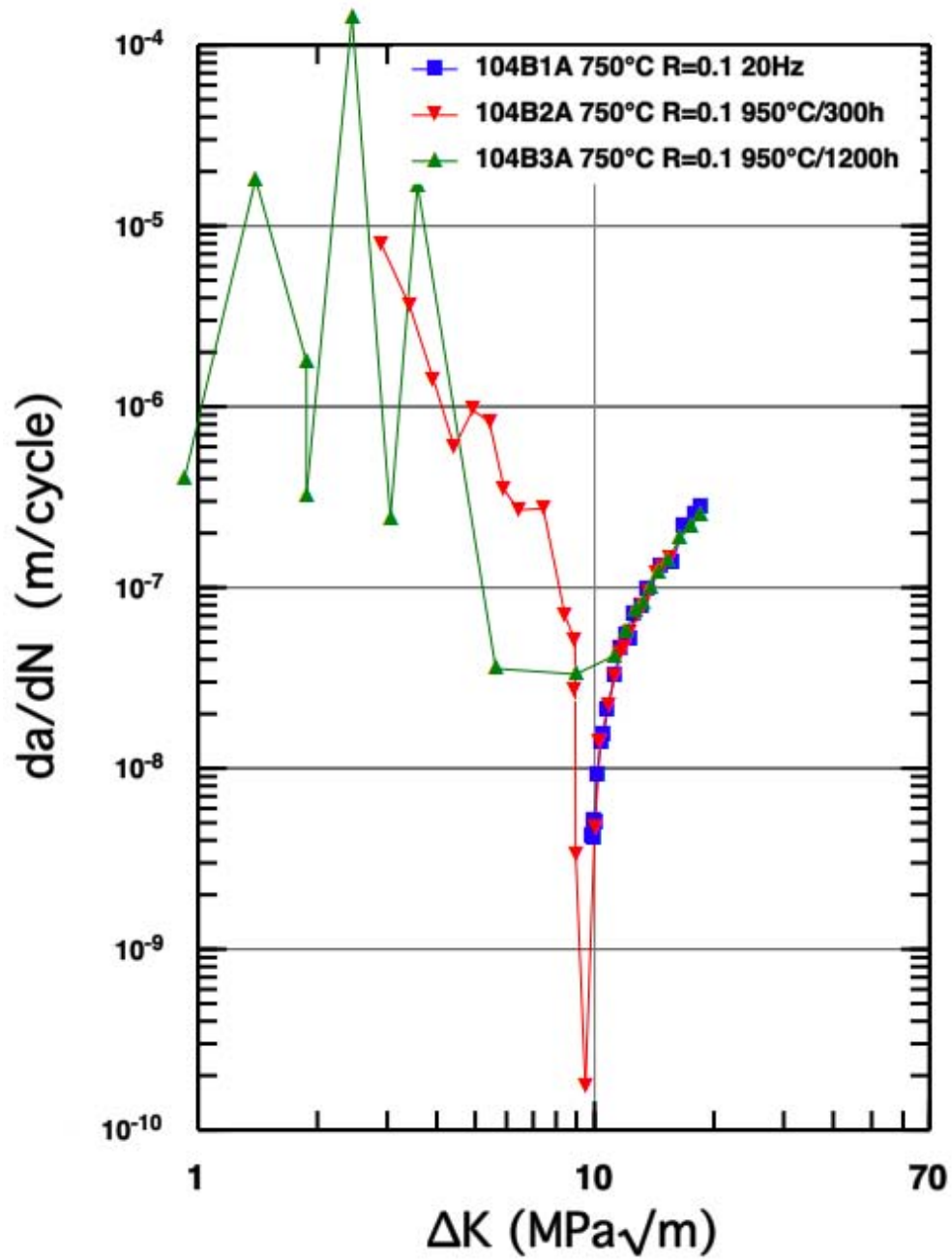


Figure 4.14: Courbes  $da/dN - \Delta K$  pour l'éprouvette de référence (104B1A) et les deux éprouvettes traitées thermiquement (104B2A et 104B3A). PWA1483  $\gamma$ (001)[100].

### 4.2.2 Observation des éprouvettes de PWA1483

Pour comprendre cette fragilisation, on observe les éprouvettes CT. Les éprouvettes 104B1A (référence) et 104B2A (950°C/300h) sont observées après essai, et une analyse WDS (Wavelength Dispersive Spectrography - dispersion de longueur d'onde) de l'éprouvette 104B2A est effectuée dans la zone de fin de préfissuration, après essai. L'éprouvette 104B3A (950°C/1200h) est observée au microscope électronique à balayage et analysée par microsonde après préfissuration et traitement thermique, mais avant fissuration. Après essai, les éprouvettes fragilisées sont ouvertes, et l'analyse du faciès de rupture permet de mesurer la longueur fragilisée.

#### 4.2.2.1 Epreuve de référence 104B1A

Une des faces latérales de l'éprouvette, perpendiculaire à la direction de propagation de la fissure, est observée au microscope électronique à balayage (Léo VP 1440 - Zeiss). Des images jointives sont acquises puis assemblées afin de reconstituer le chemin de fissuration (figure 4.17). On peut voir que la préfissure est rectiligne depuis le chevron (zone d'amorçage) sur environ 5 mm (ce qui inclut la préfissure). Puis elle est déviée d'environ 10-15° de la direction initiale sur environ 3 mm. A cet endroit, un branchement important de la fissure induit un angle de 40° par rapport à la direction de fissuration initiale. Ceci nous conduit à ne plus considérer la vitesse de fissuration comme valide au-delà d'une longueur de fissure de 8 mm (seuls les points expérimentaux corrects sont représentés sur la courbe de référence de la figure 4.14).

Des lignes de glissement sont localement visibles de part et d'autre de la fissure comme, par exemple, au voisinage de la zone de fin de préfissuration (figure 4.15) ou à proximité de la pointe de fissure (figure 4.16). Sur ces images, le faible état d'oxydation de l'éprouvette peut être apprécié. En dépit de la température importante de l'essai (750°C) de fissuration, le superalliage PWA1483 s'oxyde peu, la durée d'exposition à cette température étant faible (durée de l'essai de fissuration inférieure à 10h). Il n'y a pas de couche d'oxyde surfacique épaisse et les précipités  $\gamma'$  sont bien visibles (figure 4.16). Quelques nodules oxydés sont toutefois présents en surface mais leur taille est faible, n'excédant jamais le micromètre.

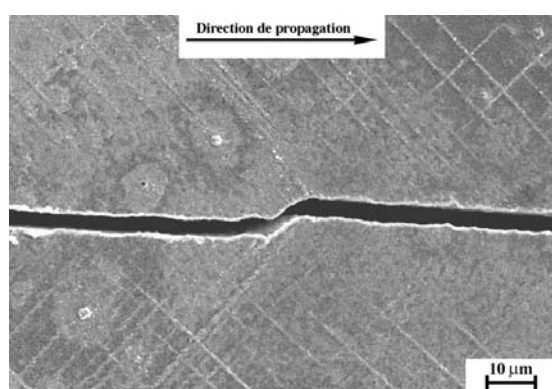


Figure 4.15: Lignes de glissement visibles dans la zone de fin de préfissuration. Epreuve 104B1A.

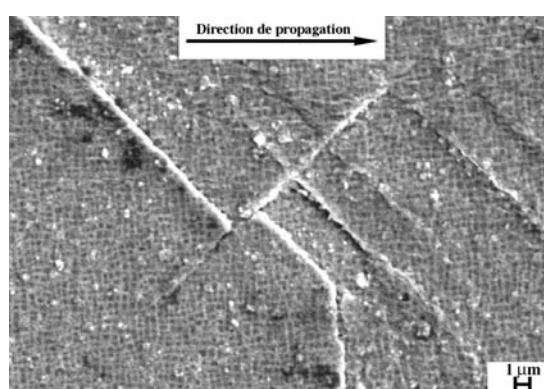


Figure 4.16: Lignes de glissement visibles dans la zone de fin de fissuration. Epreuve 104B1A.

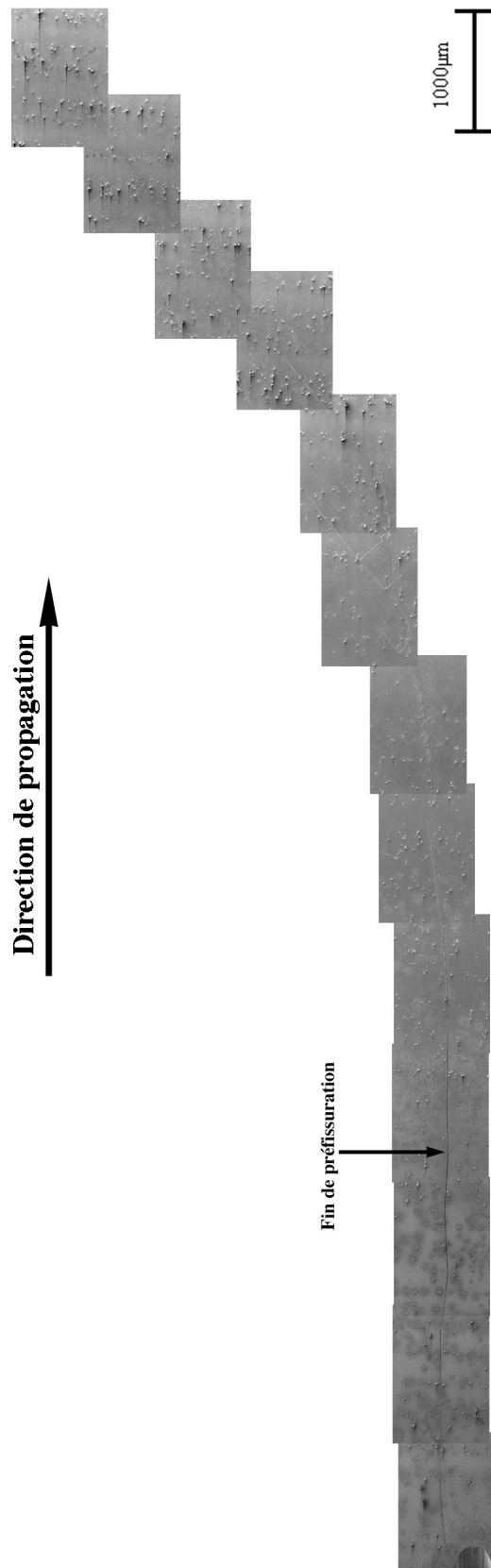


Figure 4.17: Chemin de fissuration de l'éprouvette de référence 104B1A.

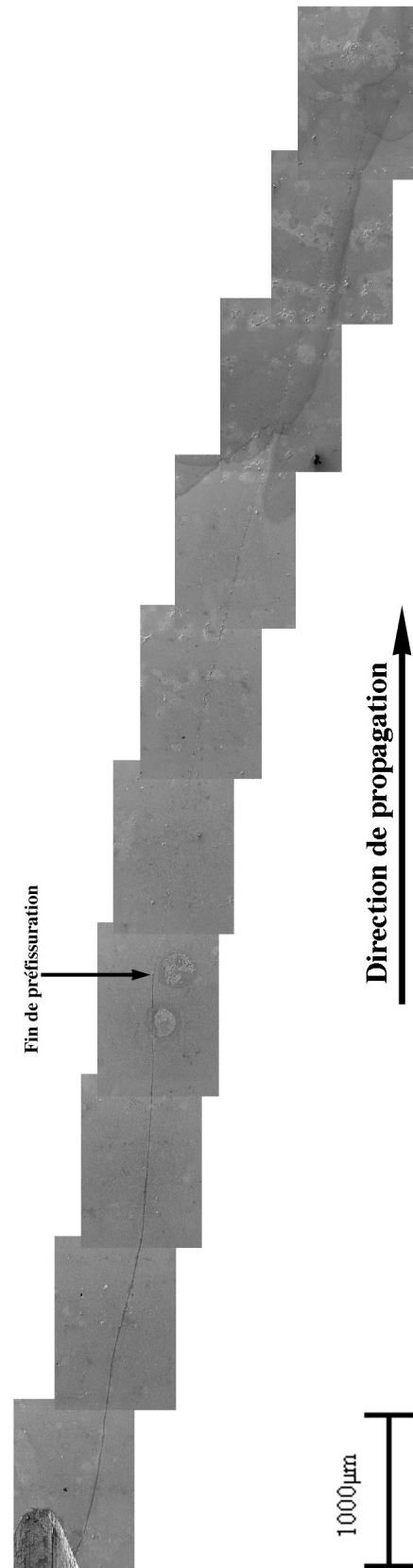


Figure 4.18: Chemin de fissuration de l'éprouvette 104B2A (traitée à 950°C/300h).

### 4.2.2.2 Eprouvette traitée 950°C/300h 104B2A

L'observation de la face latérale de l'éprouvette référencée 104B2A, traitée à l'air à 950°C durant 300h après préfissuration puis testée en fissuration à 750°C–0,1Hz au début puis 20Hz ensuite, montre un chemin de fissuration comparable au précédent. Si la préfissure s'amorce au chevron avec un angle de 10–12°, elle devient horizontale en fin de préfissuration. Puis la fissure dévie suivant un angle de 10–15° par rapport à l'horizontale (figure 4.18). L'oxydation surfacique de cette éprouvette demeure faible bien qu'elle ait été exposée à 950°C durant 300h avant l'essai de fissuration (à 750°C pendant 10h environ). Si les précipités intermétalliques  $\gamma'$  ne sont plus visibles car vraisemblablement masqués par une couche d'oxyde superficielle continue, les nodules en surface sont à peine plus gros que ceux observés précédemment (éprouvette 104B1A). Dans les zones où la fissure débouche sur les flancs latéraux de l'éprouvette, l'oxydation est plus importante suivant l'effet d'arête classique (figure 4.19). Comme on l'a observé sur d'autres essais  $\gamma(001)[100]$  (chapitre 3), la propagation de la fissure devient irrégulière lorsque sa vitesse devient grande (figure 4.20).

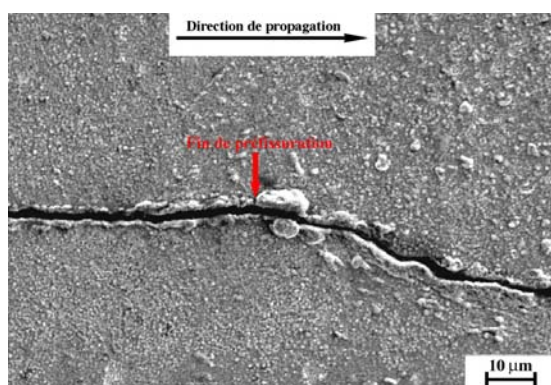


Figure 4.19: Observation de l'effet d'arête dans la zone de fin de préfissuration. Eprouvette 104B2A (950°C/300h).

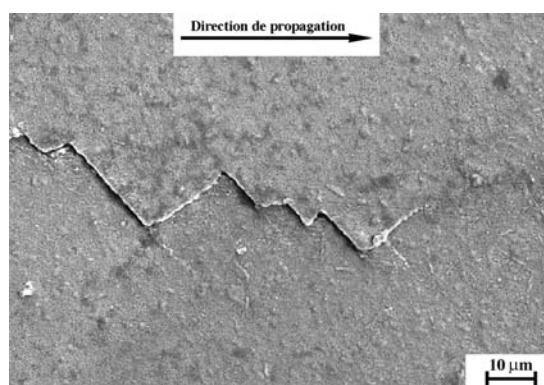


Figure 4.20: Bifurcations de fissure dans la zone de fin de fissuration. Eprouvette 104B2A (950°C/300h).

On polit l'autre face latérale de l'éprouvette jusqu'à une granulométrie de 1  $\mu\text{m}$ . Ce polissage permet de s'affranchir de la couche d'oxyde superficielle afin d'observer l'oxydation interne du matériau au voisinage des lèvres de la fissure. Il apparaît que les lèvres de la fissure sont peu oxydées en dépit du traitement thermique de 950°C/300h additionné aux traitements moins "oxydants" de préfissuration (650°C) et de fissuration (750°C). Près du chevron, soit la surface de la fissure la plus longtemps exposée à haute température, l'oxydation est faible (figure 4.21) : sur chaque lèvre de la fissure, l'épaisseur de l'oxydation externe et interne est inférieure à 5  $\mu\text{m}$ . De même, en fin de fissure, elle est encore plus limitée, de l'ordre du demi-micron (figure 4.22). On pouvait s'y attendre car il s'agit de surfaces fraîches qui ne sont exposées à l'air qu'en fin d'essai. On note que localement la fissure rencontre de gros précipités. Elle contourne en général ces précipités (figure 4.22) mais il arrive dans certains cas plus rares que la fissure les cisaille (figure 4.23). Un pointé EDS montre que ces gros précipités sont des carbures mixtes de titane et de tantale ( $Ti, Ta$ )C (figure 4.24 et tableau 4.1).

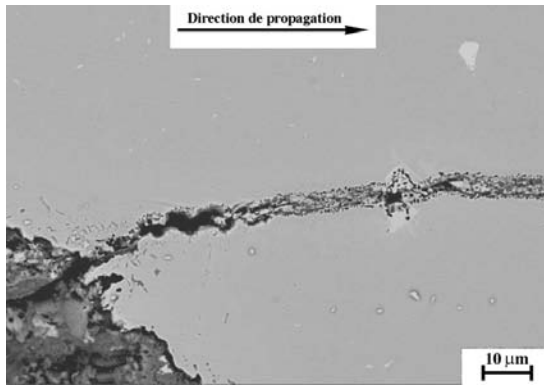


Figure 4.21: Oxydation des lèvres de la fissure. Zone d'amorçage. Eprouvette 104B2A (950°C/300h) polie 1 μm.

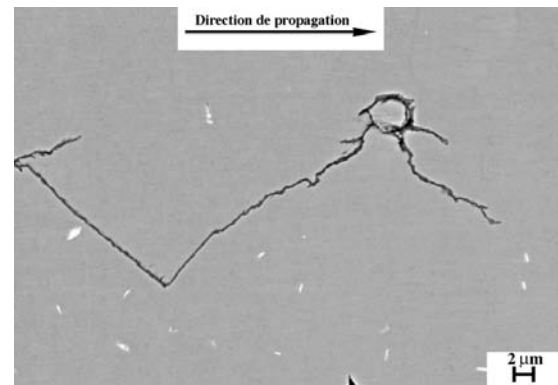


Figure 4.22: Oxydation des lèvres de la fissure. Zone de fin de fissuration. Eprouvette 104B2A (950°C/300h) polie 1 μm.

| Element | Teneur massique (%) | Teneur atomique (%) |
|---------|---------------------|---------------------|
| C       | 11,7                | 54,4                |
| Ti      | 17,5                | 20,5                |
| Ta      | 59,8                | 18,5                |

Tableau 4.1: Composition chimique du précipité analysé (figure 4.23)

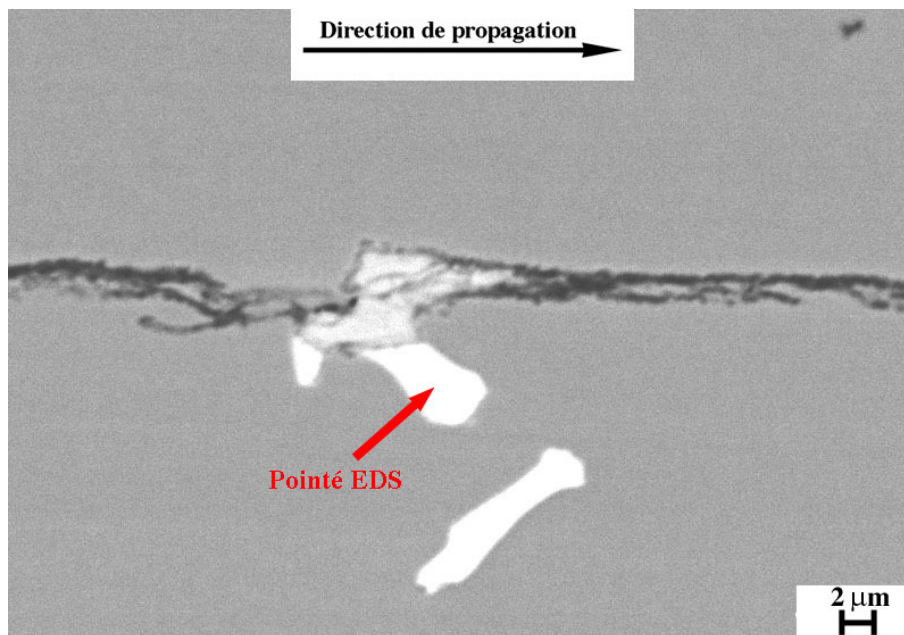


Figure 4.23: Précipité cisailé. Eprouvette 104B2A (950°C/300h) polie 1 μm.

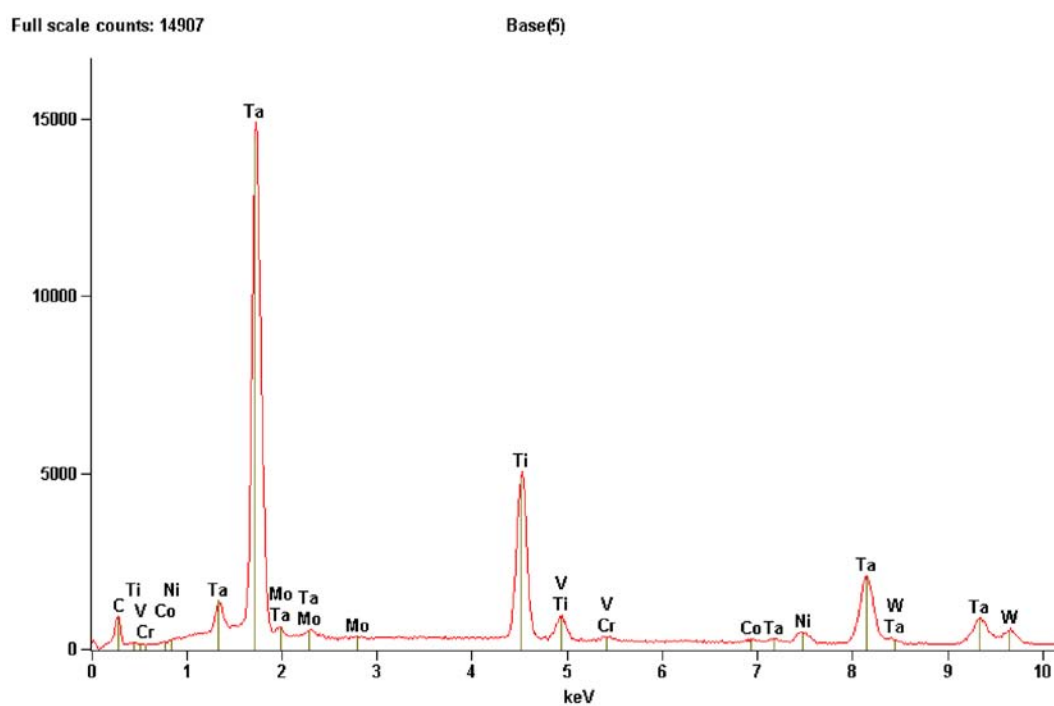


Figure 4.24: Spectre EDS du précipité de la figure 4.23 (100 secondes d'acquisition sous 20 kV, 200 pA).



On a aussi effectué des cartographies chimiques qualitatives de quelques éléments à la microsonde WDS dans la zone entre la fin de préfissuration et le début de fissuration (microsonde CAMECA SX50 pourvue de quatre spectromètres). Cette analyse a pour but d'observer l'influence du traitement thermique 950°C/300h en termes d'oxydation et de variation locale de la composition chimique du matériau dans la zone de fin de préfissuration. La zone analysée est présentée en figure 4.25 et les cartographies qualitatives des éléments *Ni*, *O*, *Al*, *Cr*, *Ti*, *Ta*, *Co* et *W* apparaissent sur la figure 4.26. Malgré le traitement thermique de 950°C durant 300h additionné à la durée de l'essai de fissuration à 750°C (10h environ), l'oxydation du matériau en fin de préfissure, soit dans la zone fragilisée, est très limitée. L'oxydation ne dépasse pas 5  $\mu\text{m}$  de profondeur. D'autre part, aucune précipitation complémentaire aux carbures initiaux ou de zones appauvries en éléments ne sont observées. Le traitement 950°C-300h ne semble pas déstabiliser le matériau.

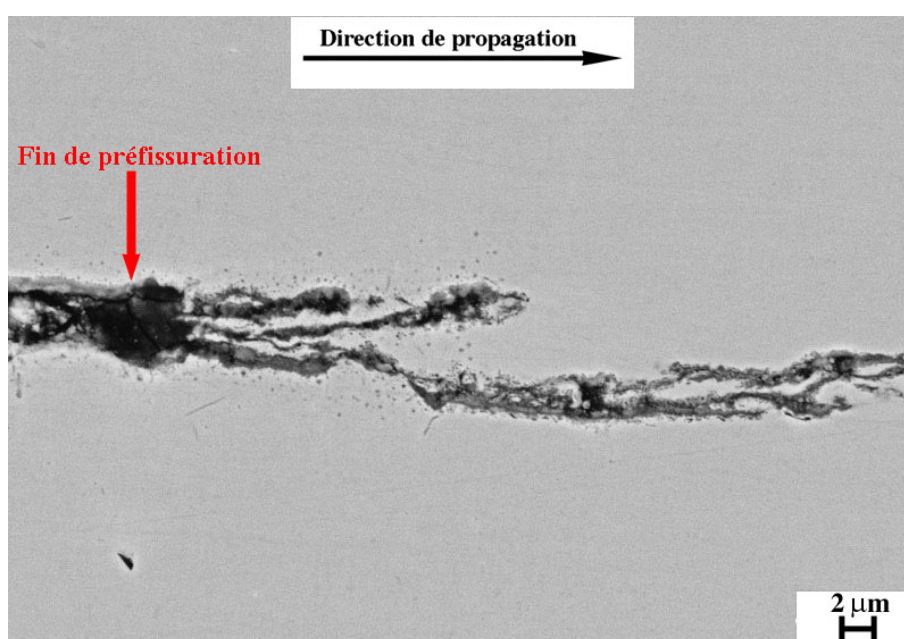


Figure 4.25: Zone de fin de préfissuration analysée à la microsonde après essai de fissuration. Eprouvette 104B2A (950°C/300h) polie 1  $\mu\text{m}$ .

Enfin, on a rompu l'éprouvette après essai pour observer le faciès de la fissure. La préfissure avait été mesurée optiquement d'une manière précise ( $a_{pref} = 3,685$  mm), ce qui permet de la repérer facilement sur le faciès de rupture au microscope électronique à balayage. Le début de la zone de fissuration proprement dite est caractérisé par une déviation de la fissure par rapport à son plan de propagation (001), formant une "marche" dans le matériau. Cette marche est visible à la surface libre latérale (figure 4.19) et sur le faciès de rupture (liseré blanc sur les figures 4.27 et 4.28).

On peut remarquer sur la figure 4.27 que le front de fissure est courbe, ce qui traduit la différence de conditions aux limites entre la surface libre de l'éprouvette et son coeur. On voit sur la figure 4.28 que les carbures "épinglent" la fissure et la ralentissent, ce qui est caractérisé par la présence de petits arcs de cercle entre les carbures.

Si l'on observe le faciès au milieu de la zone de préfissuration, on constate qu'il a un aspect homogène. La surface est lisse et de nombreux carbures sont visibles dans les espaces interdendritiques (figure 4.29). La plupart ne sont d'ailleurs pas cisailés. On constate aussi la présence de nombreux nodules d'oxyde sur toute la surface de préfissuration, dont la taille

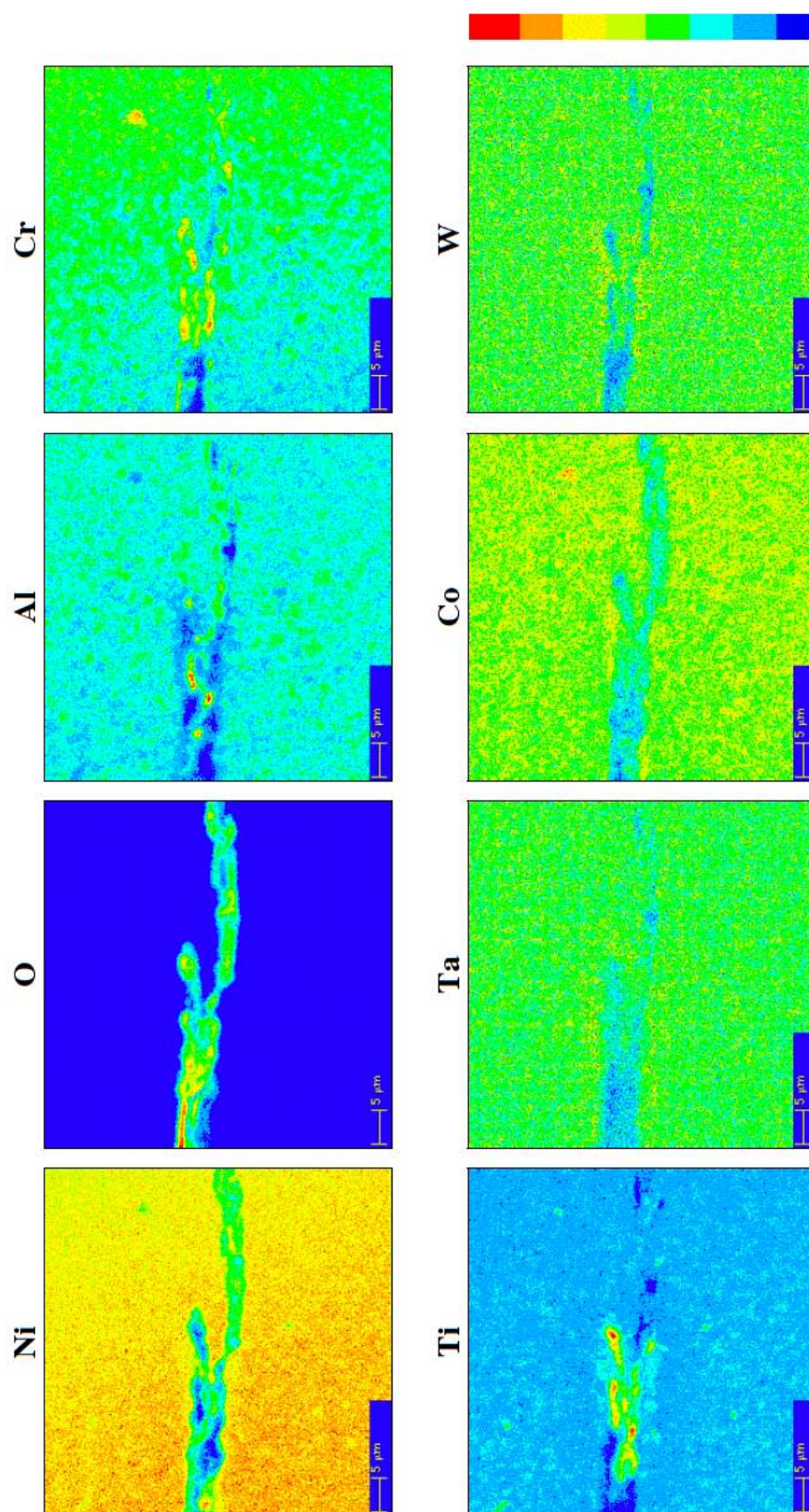


Figure 4.26: Cartographies élémentaires de la zone de préfissuration de l'éprouvette 104B2A analysée à la microsonde.



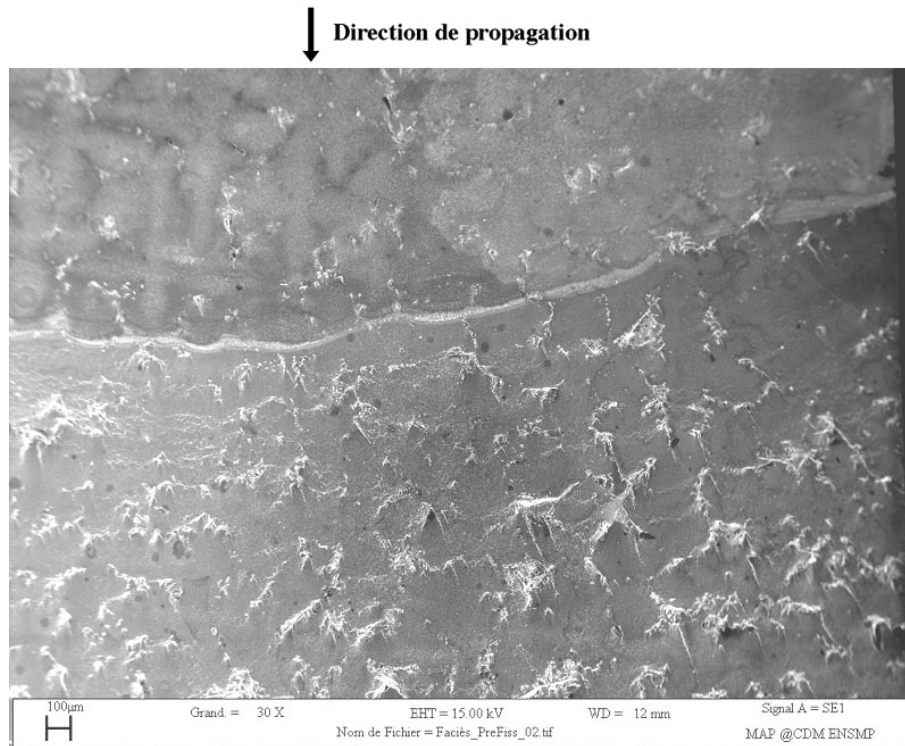


Figure 4.27: Interface entre la zone de préfissuration et la zone de fissuration. Eprouvette 104B2A post mortem.

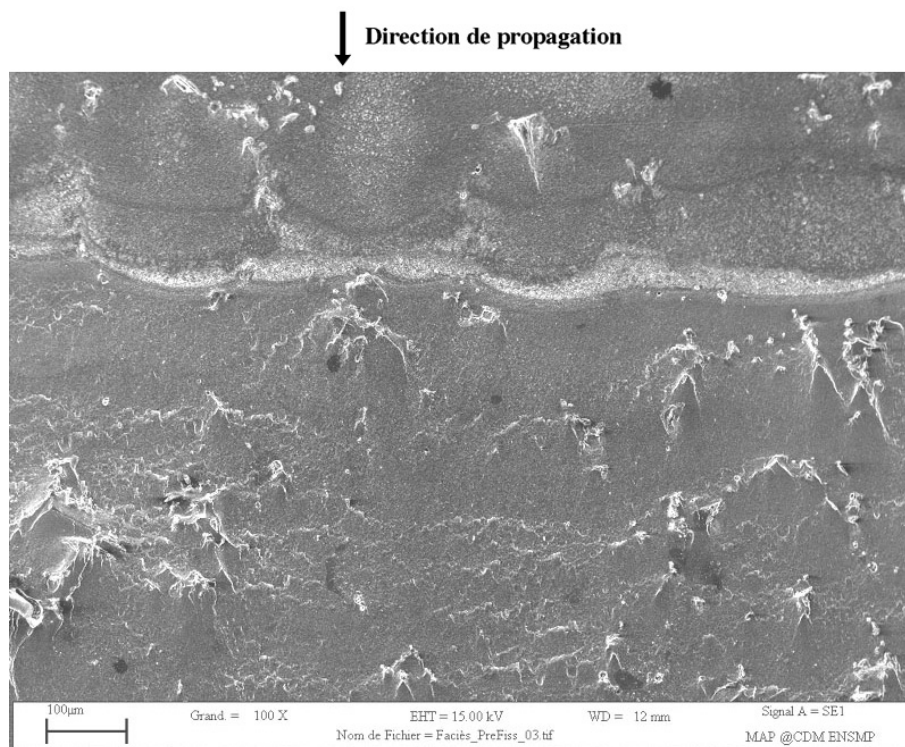


Figure 4.28: Interface entre la zone de préfissuration et la zone de fissuration. Eprouvette 104B2A post mortem.

atteint quelques microns au maximum (figure 4.30).

La zone correspondant à la propagation de la fissure est également homogène et il y apparaît aussi de nombreux carbures (figure 4.31). L'oxydation de la surface est faible, même à fort grandissement et les précipités  $\gamma'$  sont encore visibles (figure 4.32).

Entre les deux zones précédentes, se situe la zone fragilisée mise en évidence au début de l'essai de fissuration. L'observation de cette zone dite fragilisée est présentée à la figure 4.33. La fin de la zone fragilisée se situe à droite de la bande sombre verticale, visible sur la figure 4.33. Les figures 4.34 à 4.36 sont des images à fort grandissement de la zone fragilisée.

La zone la plus proche de la préfissure est constituée d'un ensemble de nodules vraisemblablement d'oxyde (figure 4.34). Leur taille moyenne est inférieure au micromètre. La zone intermédiaire plus claire (figure 4.35) et la zone finale (figure 4.36), proche de la zone de fissuration, sont également constituées d'un ensemble de nodules d'oxyde.

En fin de la zone présentée à la figure 4.36, la surface n'est plus recouverte d'une couche d'oxyde et les précipités  $\gamma'$  sont nettement visibles. D'après les mesures de longueur de fissure, cette frontière entre la zone oxydée et la zone où les précipités  $\gamma'$  sont visibles est à une distance du chevron supérieure à la longueur de la préfissure. Comme la surface de la zone fragilisée n'a pas été exposée à l'air lors du traitement thermique de 950°C durant 300h et n'a ainsi pas pu être oxydée, la couche d'oxyde sur cette surface ne peut s'être formée que lors de l'essai de fissuration (à 750°C). Il est remarquable que cette couche superficielle d'oxyde s'arrête brutalement pour laisser place à un faciès faiblement oxydé sur lequel les précipités  $\gamma'$  sont visibles.

Ainsi, les trois zones présentées aux figures 4.34 à 4.36 possèdent le même faciès constitué d'un ensemble de nodules d'oxyde de taille inférieure au micromètre. La différence d'intensité lumineuse est uniquement liée au profil géométrique de la surface, la zone blanche des figures 4.35 et 4.36 étant inclinée. On peut alors penser que la fin de la zone fragilisée se situe à la frontière entre la couche d'oxyde superficielle et la surface où les précipités  $\gamma'$  sont visibles.

La zone fragilisée est localisée grâce aux mesures de longueur de fissure sur la face latérale et caractérisée par son faciès recouvert de nodules d'oxyde de taille inférieure au micron. Une mesure de la profondeur de cette zone est faite par analyse d'image. Trois mesures sont réalisées sur chacune des 22 photos permettant de reconstituer l'ensemble du front. Il apparaît que la taille moyenne de la zone fragilisée est de 70  $\mu\text{m}$ , avec des disparités importantes toutefois le long du front de fissure.

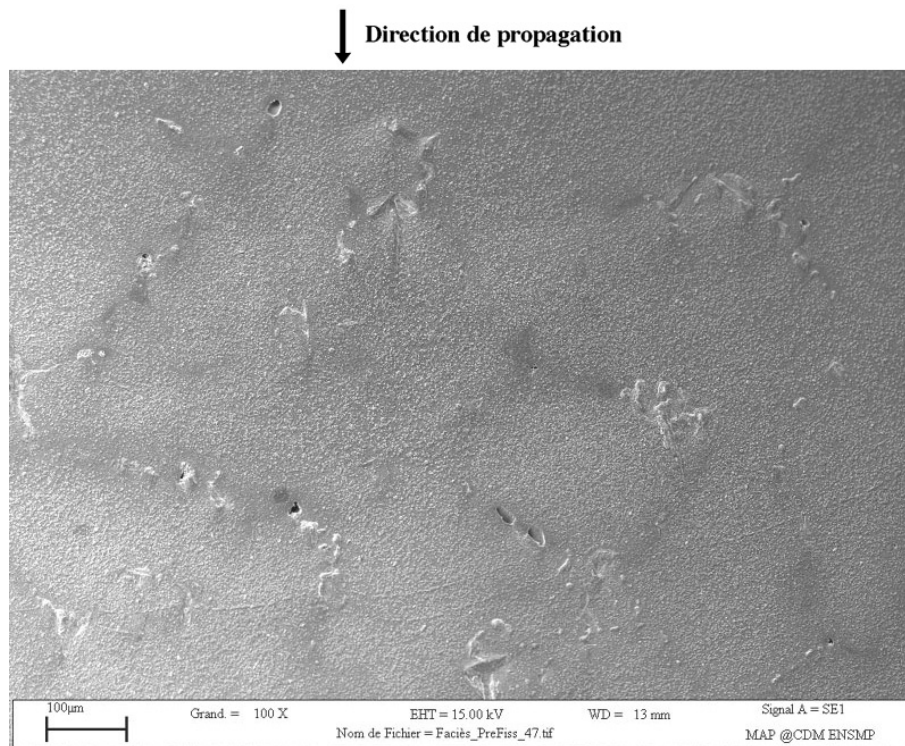


Figure 4.29: Zone de préfissuration. Eprouvette 104B2A post mortem.

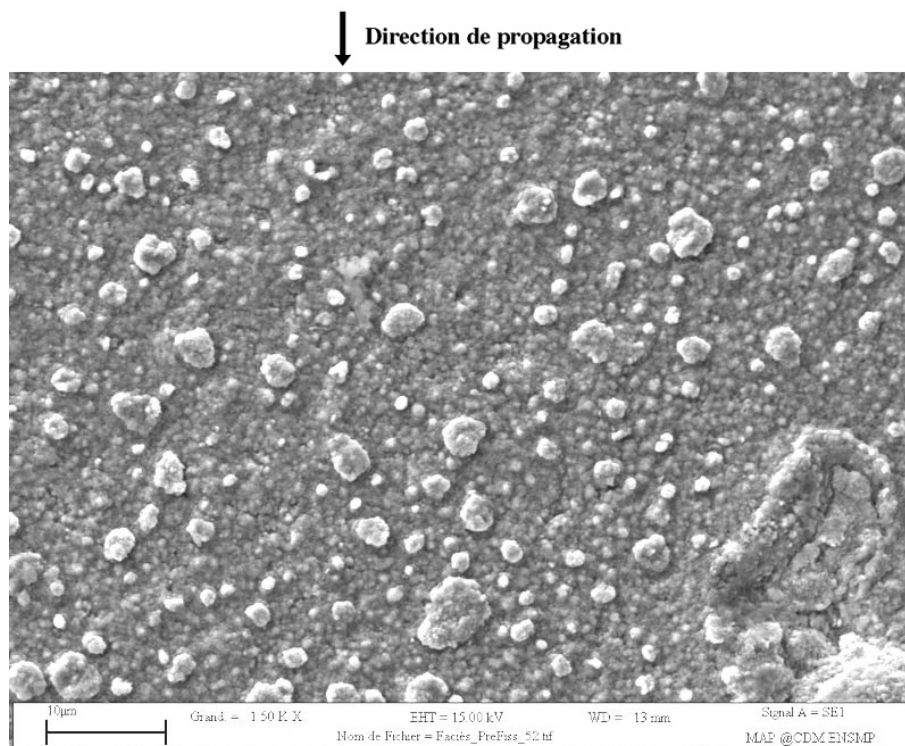


Figure 4.30: Zone de préfissuration. Eprouvette 104B2A post mortem.

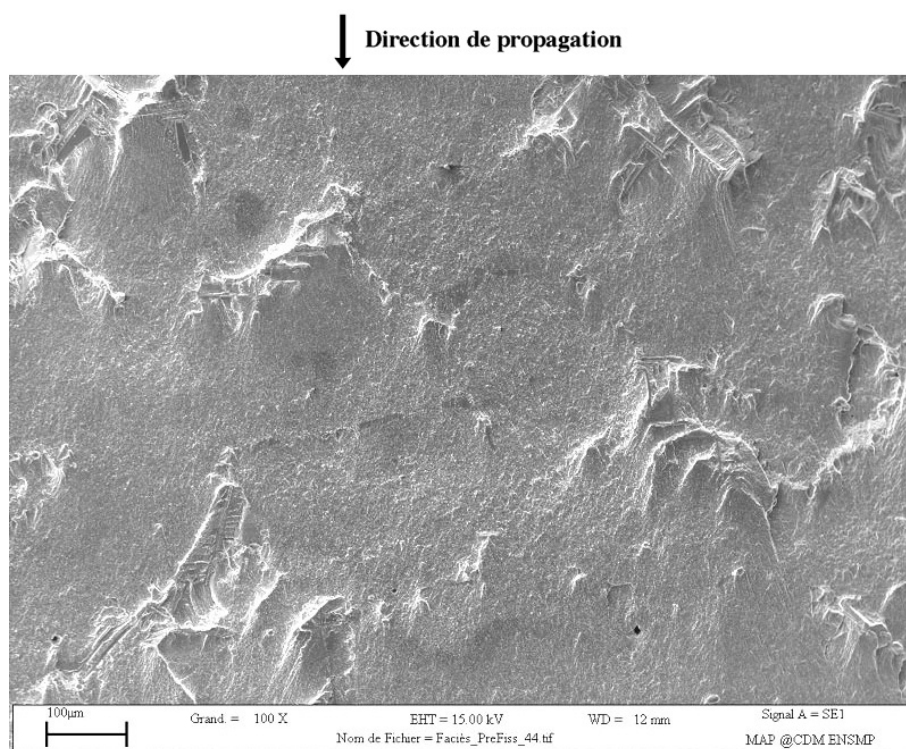


Figure 4.31: Zone de fissuration. Epreuve 104B2A post mortem.

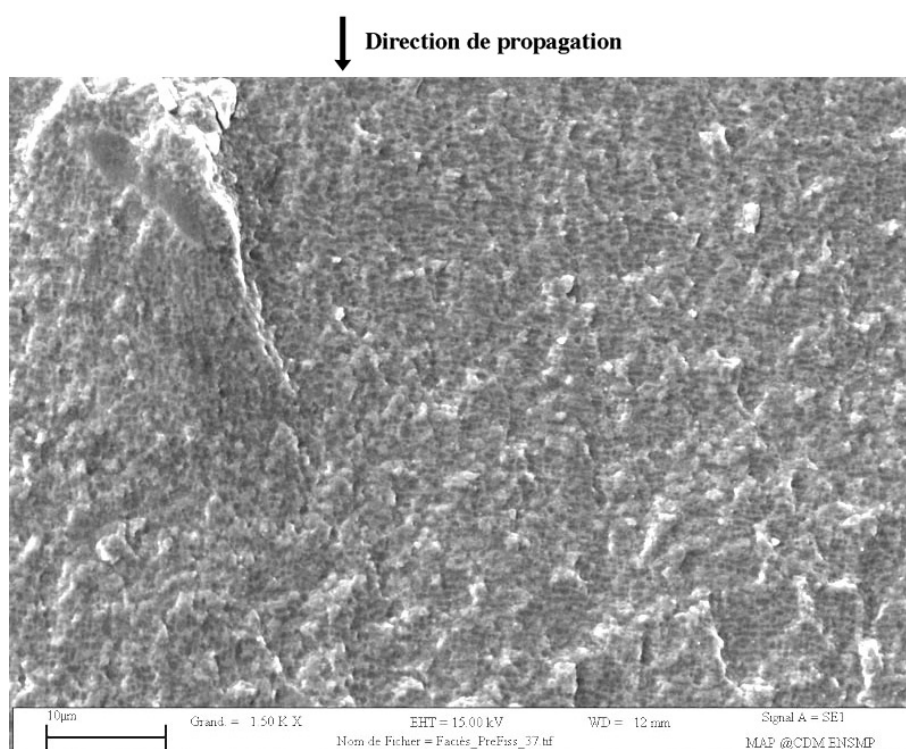


Figure 4.32: Zone de fissuration. Epreuve 104B2A post mortem.

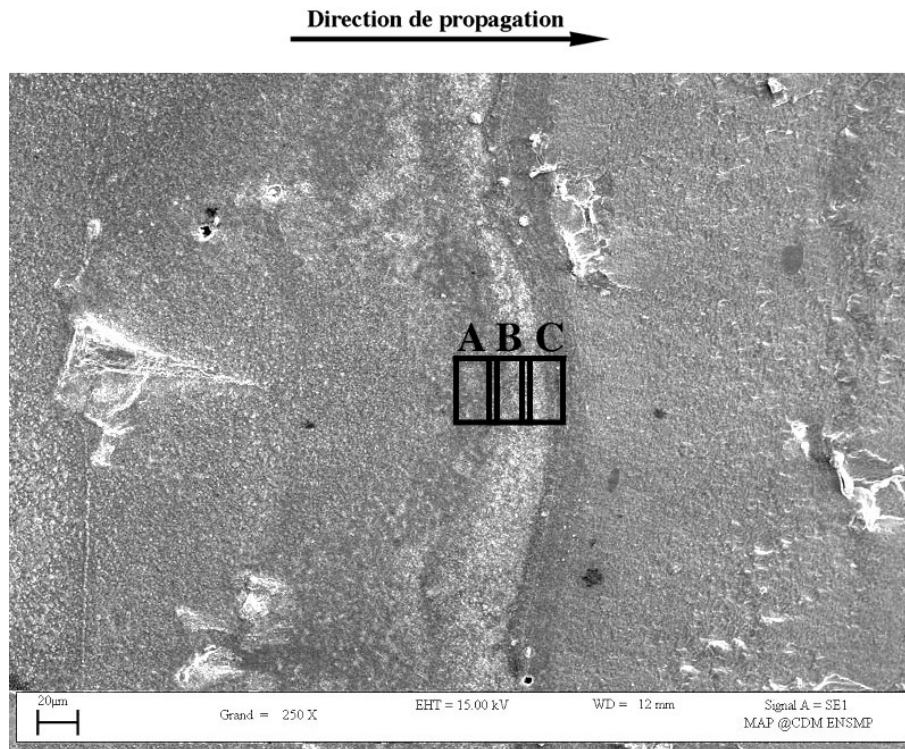


Figure 4.33: Vue d'ensemble de la zone fragilisée. La fin de préfissure est à gauche. Eprouvette 104B2A post mortem. Zoom A sur la figure 4.34. Zoom B sur la figure 4.35. Zoom C sur la figure 4.36.

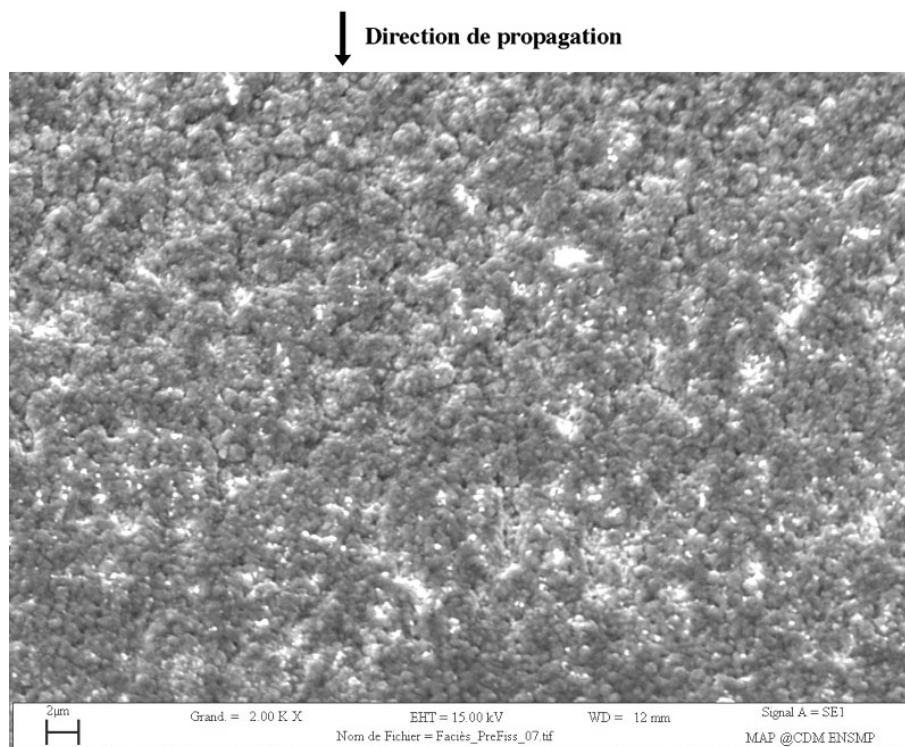


Figure 4.34: Zone fragilisée. Détail du début de la zone. Eprouvette 104B2A post mortem.



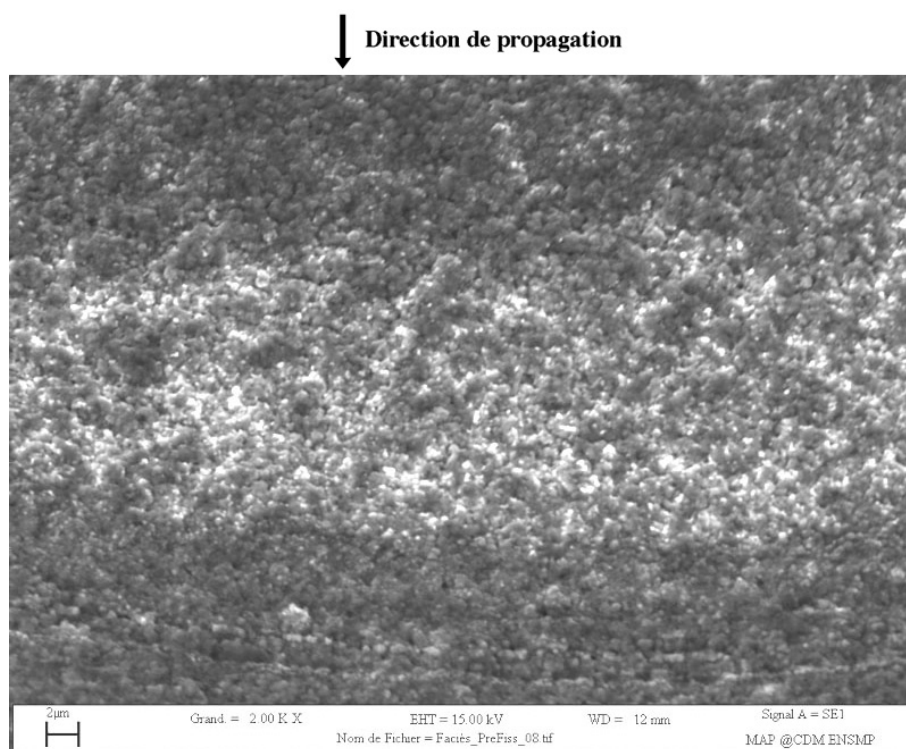


Figure 4.35: Zone fragilisée. Détail du milieu de la zone. Eprouvette 104B2A post mortem.

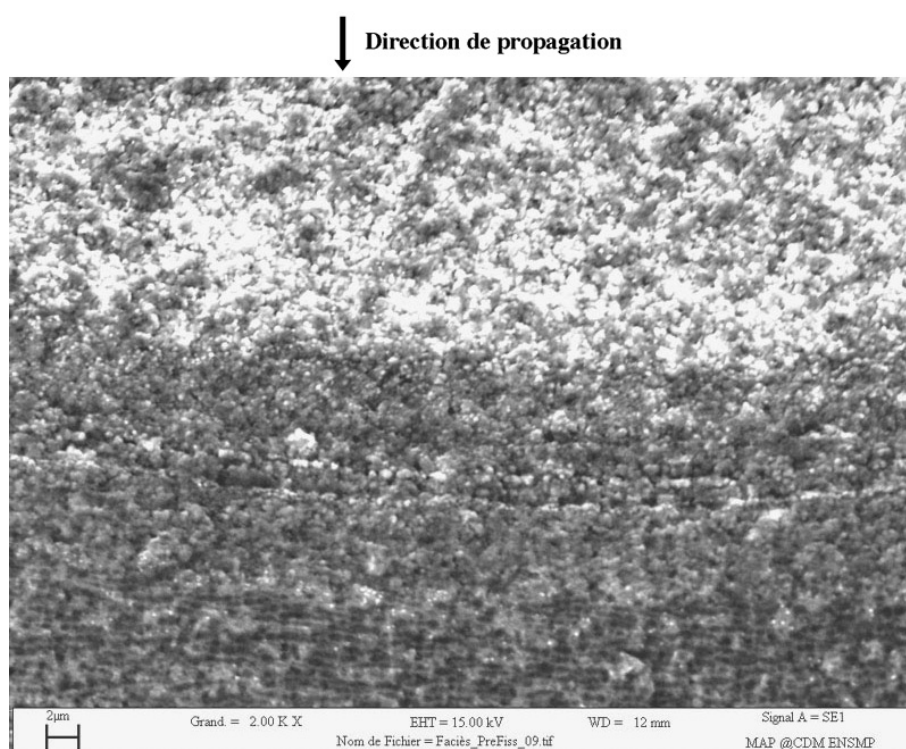


Figure 4.36: Zone fragilisée. Détail de la fin de la zone. Eprouvette 104B2A post mortem.

### 4.2.2.3 Eprouvette traitée 950°C/1200h 104B3A

L'éprouvette référencée 104B3A est une éprouvette également préfissurée à 650°C jusqu'à une longueur  $a_{pref} = 9,912$  mm puis exposée à l'air à 950°C durant 1200h. Après ce traitement thermique et un polissage de surface permettant de s'affranchir de l'oxyde superficiel, la face latérale de l'éprouvette est observée au microscope électronique à balayage et analysée à la microsonde électronique.

La préfissure est observée au microscope électronique à balayage depuis le chevron, son site d'amorçage, jusqu'à la fin de préfissuration. Quelques images sont présentées sur les figures 4.37 à 4.42. Comme dans le cas de l'éprouvette traitée 950°C/300h à l'air, les lèvres de la fissure sont oxydées. Cette oxydation surfacique s'accompagne d'une oxydation interne sous formes de bâtonnets ou de précipités anguleux. Au-delà de cette précipitation interne, les précipités  $\gamma'$  sont visibles (à droite de l'image 4.37).

On constate que la longueur affectée par l'oxydation (oxydation superficielle et oxydation interne) est fonction de la profondeur de la fissure. Ceci peut s'expliquer par le fait que lors du traitement thermique isotherme la pression partielle en oxygène est plus faible en fond de fissure qu'au niveau du chevron. D'autre part, en raison de la méthodologie de préfissuration, la taille de la zone plastique décroît avec la longueur de fissure ce qui implique une cinétique d'oxydation plus lente en fin de préfissure qu'au niveau du chevron. Ces deux paramètres expliquent que la profondeur de métal affecté par l'oxydation soit moindre à l'extrémité de la préfissure qu'au niveau du chevron.

D'autre part, la nature des différents oxydes ainsi que leur morphologie sont conformes aux résultats obtenus par Pfennig du BAM (Pfennig, 2005) pour un traitement d'oxydation statique du PWA1483 à 950°C pendant 1000h. La couche d'oxydation externe est constituée d'oxydes de titane  $TiO_2$ , de nickel  $NiO$ , de chrome  $Cr_2O_3$ , ainsi que d'oxydes mixtes  $NiTiO_3$  et  $(Ni,Co)Cr_2O_4$ . Sous cette couche d'oxyde superficielle apparaît une zone appauvrie en  $Co$  et en  $Cr$  ainsi qu'en précipités  $\gamma'$ . Enfin, des précipités d'alumine  $Al_2O_3$  plutôt anguleux et des bâtonnets de nitrure de titane sont observés.

En fond de fissure, l'oxydation est très faible (figure 4.42). Les observations au MEB montrent que les lèvres de la fissure sont oxydées sur moins d'un micromètre et que l'oxydation ou précipitation interne est inexistante.

Des cartographies chimiques qualitatives sont effectuées à la microsonde en fond de fissure afin de vérifier les observations précédentes. La zone analysée est celle présentée à la figure 4.42 et les cartographies chimiques élémentaires sont présentées de la figure 4.43. On constate que l'oxydation est bien limitée au voisinage de quelques micromètres de la fin de la fissure. Quelques précipités  $(Ti,Ta)C$  et  $TiN$  sont observés mais aucune déstabilisation importante, susceptible de provoquer une fragilisation, n'est observée.

D'autre part, des analyses chimiques quantitatives sont réalisées à la microsonde en pointe de fissure suivant deux segments (figure 4.44). Tous deux débutent dans l'oxyde superficiel en fond de préfissure et pénètrent dans le matériau horizontalement sur 200  $\mu m$  et verticalement sur 100  $\mu m$ . Le pas entre deux pointés est de 2  $\mu m$ , soit l'ordre de grandeur de la poire d'interaction du faisceau de la microsonde. Les analyses obtenues sont présentées aux figures 4.45 et 4.46.

Selon ces mesures, la composition chimique du matériau PWA 1483 est homogène le long des segments, sauf en présence d'un carbure (figure 4.46). Les concentrations déterminées (valeurs moyennes) sont d'ailleurs conformes à la composition chimique du matériau PWA 1483 et la variation locale de composition est très faible (faibles écarts type) (tableau 4.2).

#### 4. Fragilisation des superalliages par exposition à l'air à haute température

---

D'autre part, la concentration en oxygène est négligeable dès lors que les pointés ne sont plus sur la couche d'oxyde superficielle (figures 4.45 et 4.46).

|            | Cr   | Co  | Mo  | W   | Ta  | Ti  | Ni   |
|------------|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Moyenne    | 10,9 | 8,8 | 1,6 | 3,9 | 3,6 | 4,1 | Bal. |
| Ecart type | 1,1  | 0,5 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0,4 | 1,2  |

Tableau 4.2: Composition chimique massique de l'éprouvette 104B3A après 1200h à 950°C à la pointe de la préfissure, avant fissuration (en %).

Après l'essai de fissuration, l'éprouvette est ouverte. Le faciès de rupture (figure 4.47) présente un aspect semblable à celui de l'éprouvette 104B2A (950°C/300h). On observe bien un liseré qui correspond à la zone fragilisée. Afin de mesurer de manière fiable la taille de la zone fragilisée, on observe à fort grandissement (2000x) l'aspect du faciès sur une bande au centre de l'éprouvette (figure 4.48). Comme pour l'éprouvette oxydée 300 heures, on constate que l'aspect du faciès est homogène dans la zone de préfissure, ainsi que dans la zone de la fissure proprement dite. Les nodules d'oxyde sont plus gros dans la zone de préfissuration que pour l'éprouvette 104B2A (à gauche sur la figure 4.48), ce qui est logique puisque la durée d'oxydation est 4 fois plus grande. Comme pour l'éprouvette 104B2A, la zone de fissuration est peu oxydée et les précipités  $\gamma'$  sont visibles (à droite de la figure 4.48). La frontière entre la zone fragilisée et la zone de fissuration est d'ailleurs très nette. La mesure effectuée sur chacune des images qui constituent le front de la figure 4.47 donne une longueur de zone fragilisée de 100  $\mu\text{m}$ , avec des disparités importantes comme on peut le comprendre en observant le liseré sur la figure 4.47.



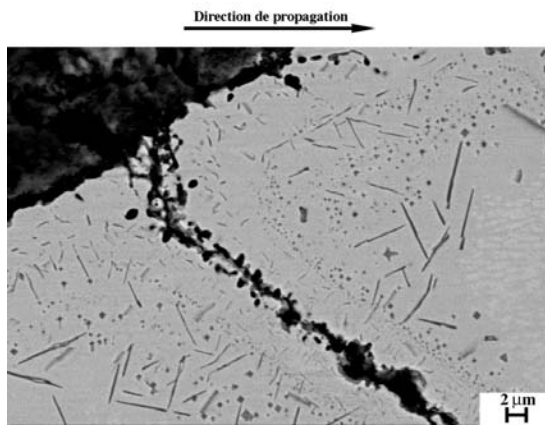


Figure 4.37: Zone de préfissuration. Détail au niveau du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

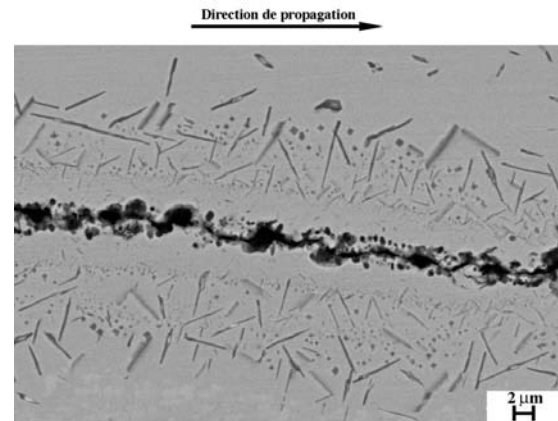


Figure 4.38: Zone de préfissuration. Détail à 1 mm du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

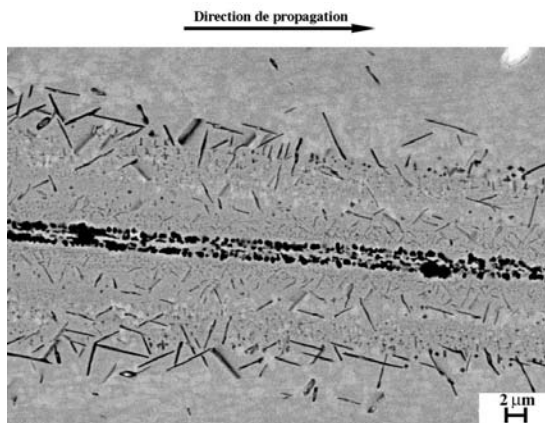


Figure 4.39: Zone de préfissuration. Détail à 2,5 mm du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

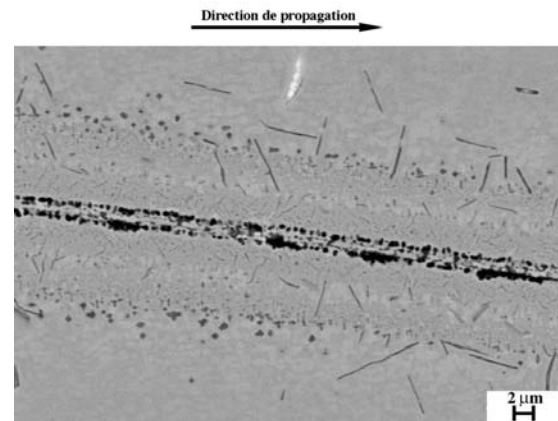


Figure 4.40: Zone de préfissuration. Détail à 3 mm du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

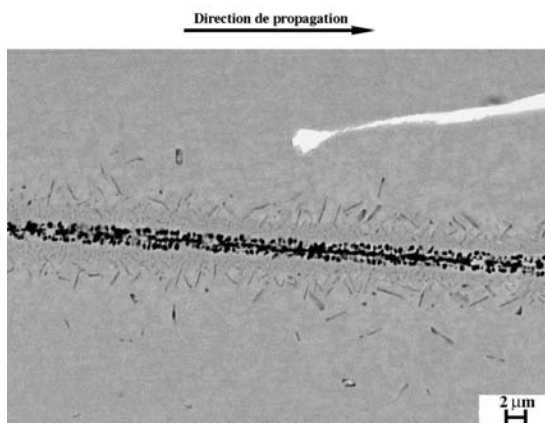


Figure 4.41: Zone de préfissuration. Détail à 3,5 mm du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

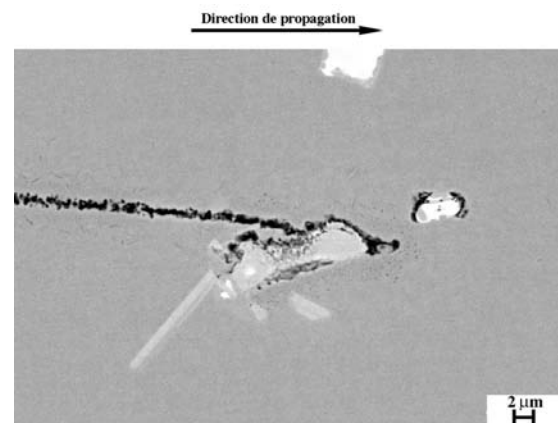


Figure 4.42: Zone de préfissuration. Détail à 4,08 mm du chevron. Epreuve 104B3A (950°C/1200h).

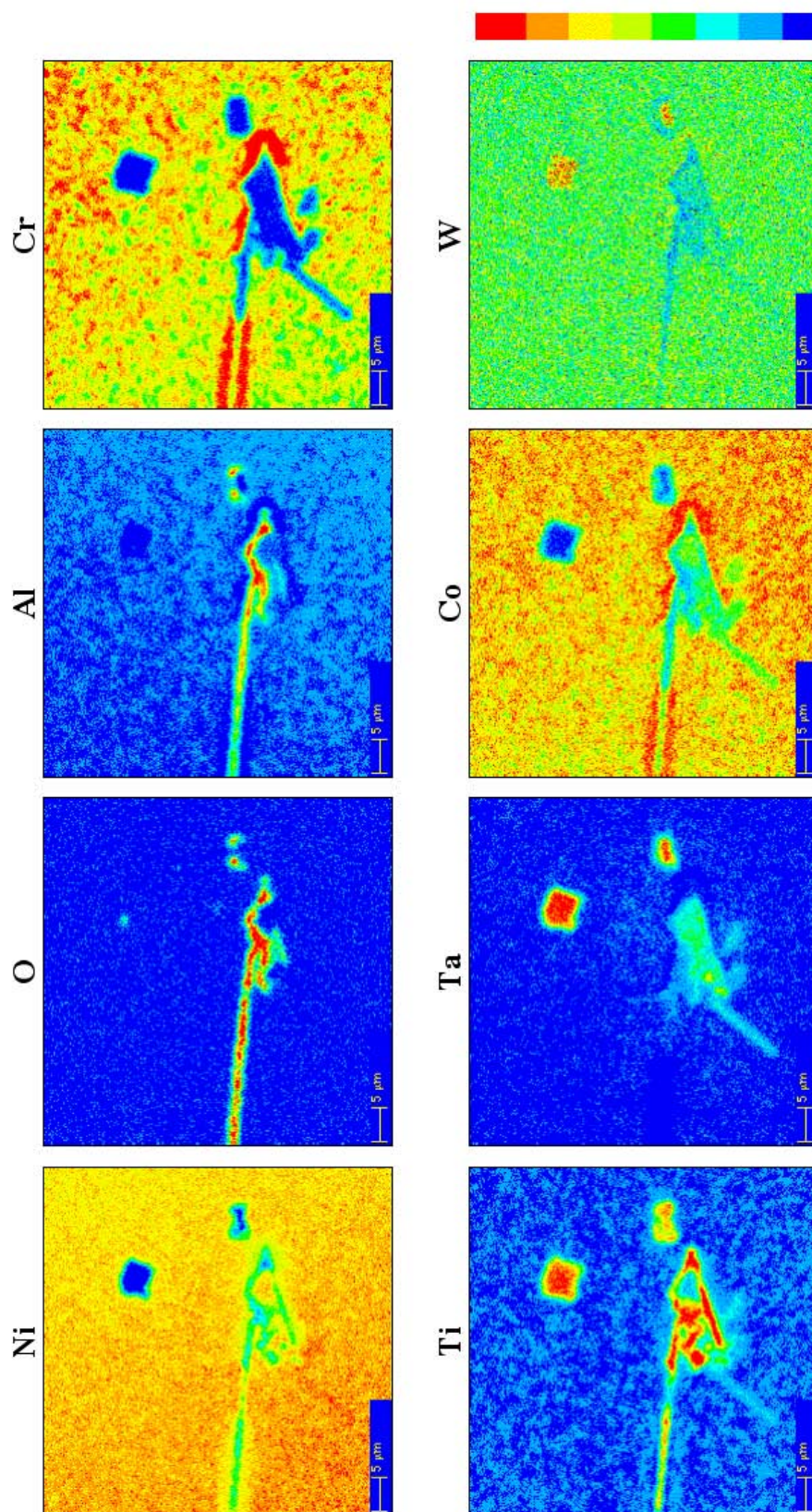


Figure 4.43: Cartographies élémentaires de la zone de préfissuration de l'éprouvette 104B3A analysée à la microsonde.



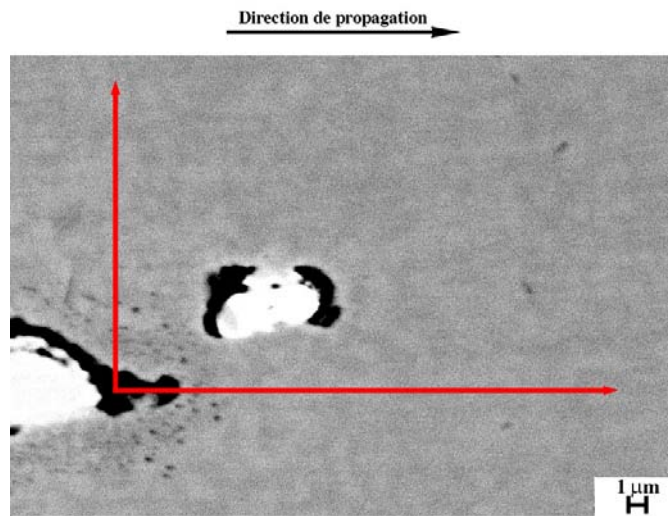


Figure 4.44: Segments d'analyse à la microsonde, à la fin de la préfissure de l'éprouvette 104B3A.

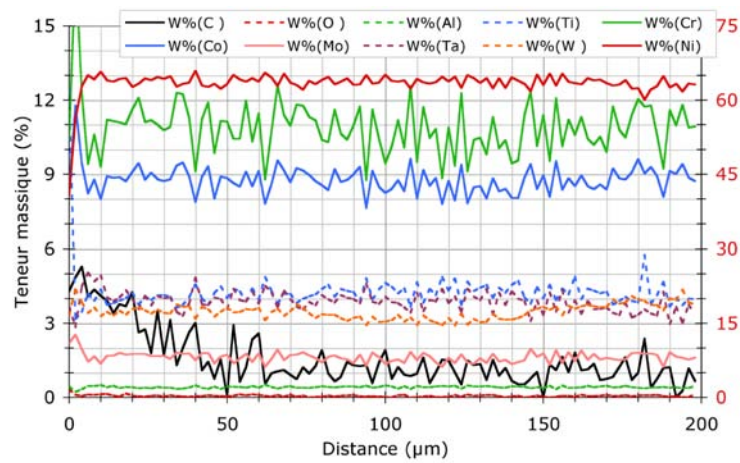


Figure 4.45: Teneur en éléments sur le segment horizontal.

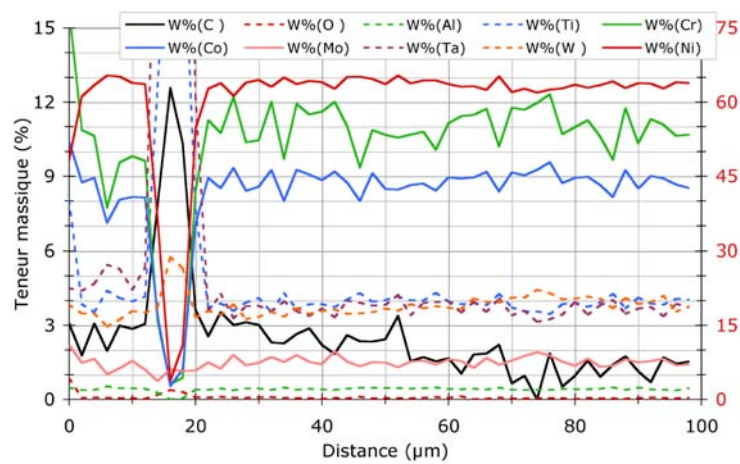


Figure 4.46: Teneur en éléments sur le segment vertical.

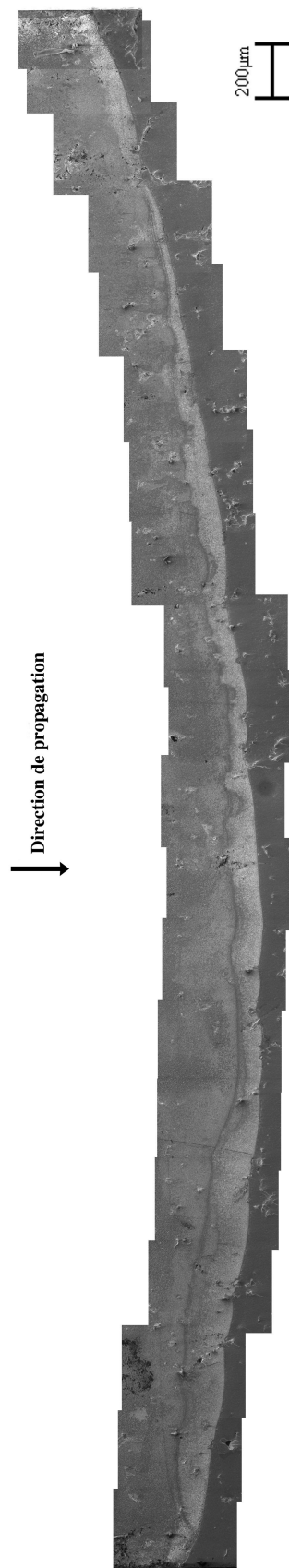


Figure 4.47: Faciès complet de l'éprouvette 104B3A (950°C/1200h) post mortem.

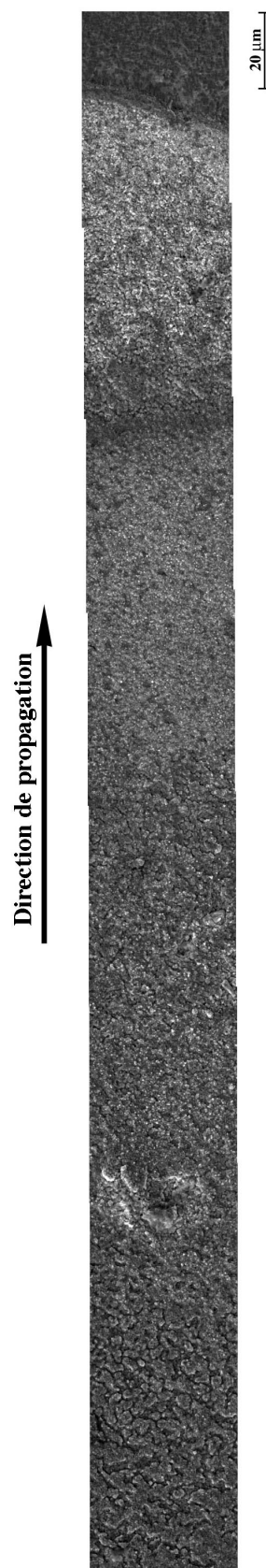


Figure 4.48: Détails du faciès de la fissure selon une bande au centre de l'éprouvette 104B3A.

### 4.2.3 Conclusions sur la fragilisation du PWA1483

Des essais de fissuration d'éprouvettes préfissurées à 650°C puis exposées à 950°C à l'air durant 300 et 1200 heures conduisent à une fragilisation du matériau. Celle-ci se traduit par une propagation très rapide de la fissure à un seuil  $\Delta K$  inférieur à celui déterminé sur une éprouvette n'ayant pas subi de traitement thermique. La profondeur de cette zone fragilisée est de 70  $\mu\text{m}$  pour l'éprouvette oxydée 300h et de 100  $\mu\text{m}$  pour celle oxydée 1200h.

S'il est naturellement envisagé d'attribuer cette fragilisation à une oxydation des lèvres de la fissure et à l'oxydation interne du matériau, aucune observation au microscope électronique à balayage ou à la microsonde électronique ne permet de détecter de l'oxygène dans le matériau à une profondeur supérieure à 1  $\mu\text{m}$ , même en pointe de préfissure. D'autre part, ces analyses montrent également qu'il n'y a ni précipitation interne, ni changement de phase ou de composition chimique détectable à cette échelle. La fragilisation constatée n'est donc pas fonction d'une déstabilisation locale du matériau à notre échelle d'observation. Cependant, *la zone fragilisée réagit avec l'oxygène pour former une couche d'oxyde* caractérisée par des nodules très fins alors que la surface "non fragile" ne s'oxyde que très légèrement<sup>4</sup>. Il semblerait donc qu'une interaction avec l'environnement ait lieu en zone fragilisée mais son origine n'a pu être déterminée avec les instruments à notre disposition.

## 4.3 Mise en évidence de la fragilisation de l'AM1 bas soufre

Comme nous l'avons mentionné dans le premier chapitre, l'AM1 dont nous disposons dans le cadre du projet SOCRAX a une composition chimique différente de celle de l'AM1 des études précédentes (par exemple : (Poubanne, 1989; Fleury, 1991; Hanriot, 1993; Caron, 2000; Flouriot, 2004)). La nouvelle nuance est caractérisée par une teneur en soufre très inférieure à celle de l'AM1 dit "standard" (moins de 0,1 ppm de soufre, contre 2 ppm). L'importance du soufre dans l'oxydation des superalliages (notamment dans la tenue des revêtements protecteurs) étant connue, nous voulions appréhender une possible influence de la teneur en soufre sur la fragilisation du superalliage.

### 4.3.1 Rappels : étude de Fleury (1991)

Dans sa thèse (Fleury, 1991), Fleury s'est intéressé à l'endommagement de l'AM1 standard en fatigue isotherme et anisotherme. Il a notamment montré que l'AM1 s'endommage en fatigue anisotherme principalement lorsqu'il y a exposition de la fissure à haute température, suivi d'une traction à moyenne température. Ceci suggère qu'il y a une fragilisation du matériau à la pointe de la fissure lors de l'exposition à haute température. D'où l'étude de l'influence d'un traitement thermique à l'air et à haute température sur des éprouvettes CT préfissurées.

#### 4.3.1.1 Essais de fissuration

La procédure suivie par Fleury est quasiment la même que celle présentée à la section 4.2.1. La préfissuration est réalisée à 650°C, en chargement décroissant, jusqu'à  $a/w = 0,35$  et une vitesse de propagation de l'ordre de  $10^{-9}$  m/cycle. Après traitement d'oxydation sous air à 950°C ou 1100°C, l'essai de fissuration est réalisé à 650°C (contre 750°C pour notre étude

---

<sup>4</sup>Le temps passé à 750°C après rupture de la zone fragilisée est d'environ 3h30 pour l'éprouvette 104B2A et d'environ 1h30 pour l'éprouvette 104B3A.

#### 4. Fragilisation des superalliages par exposition à l'air à haute température

sur le PWA1483), en suivant une procédure identique à celle présentée précédemment. La plupart des éprouvettes CT testées sont des  $\gamma(001)[110]$ . La durée d'exposition à 950°C varie de 100h à 1000h et sur les 6 essais réalisés à cette température de traitement, le matériau est fragilisé 5 fois (voir tableau de la figure 4.49). Le phénomène est caractérisé par une vitesse de fissuration très élevée, à des niveaux d'intensité des contraintes bien inférieurs au seuil de propagation de fissure, comme nous l'avons montré précédemment.

L'observation des faciès montre qu'ils ont un aspect très proche de celui qu'on a observé pour les éprouvettes en PWA1483. Comme on peut le voir sur la figure 4.51, la zone fragilisée est caractérisée par un liseré. Les mesures sur les faciès de la longueur fragilisée sont reportées dans le tableau de la figure 4.49. Si l'on reporte la longueur fragilisée  $l_f$  en fonction de la durée du traitement thermique, on constate une forte dispersion des valeurs (figure 4.52). Mais les bornes supérieure et inférieure sont deux droites parallèles. On constate qu'on a la relation suivante :

$$l_f = \alpha.t^{1/4} \quad (4.7)$$

On retrouve la cinétique en  $t^{1/4}$  caractéristique de l'oxydation préférentielle. La constante d'oxydation  $\alpha$  a une valeur comprise entre  $1,36.10^{-6}$  et  $2,54.10^{-6} \text{ m.s}^{-1/4}$  pour les éprouvettes traitées à 950°C. Fleury associe la borne inférieure de la courbe 4.52 à la rupture du film d'oxyde formé durant le traitement thermique, mais pas à la fragilisation du matériau. Il reprend ainsi l'idée émise par Reuchet et Rémy (Reuchet et Rémy, 1983) qui veut que l'avancée de fissure soit la somme de l'avancée due à la fatigue et de l'avancée due à la rupture du film d'oxyde formé à la pointe de la fissure.

| température de préfissuration | 650°C           |         |         |         |         |         |
|-------------------------------|-----------------|---------|---------|---------|---------|---------|
| température d'oxydation       | 950°C           |         |         |         |         |         |
| durée de l'oxydation          | 100h            | 100h    | 300h    |         | 1000h   |         |
| fissuration finale            | 650°C           |         |         |         |         |         |
| $\Delta a$ ( $\mu\text{m}$ )  | fissure bloquée | 33,3    | 47,9    | 81,5    | 105,3   | 64,2    |
| orientation secondaire        | [010]           | [110]   | [110]   | [110]   | [110]   | [110]   |
| nom de l'éprouvette           | X1961F3         | X2001F1 | X2007A3 | X2001F3 | X2001A2 | X2001A3 |

Figure 4.49: Résultats obtenus par Fleury sur la fragilisation de l'AM1 standard traité à 950°C (Fleury, 1991).

| température de préfissuration | 650°C   |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
|-------------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| température d'oxydation       | 1100°C  |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |
| durée de l'oxydation          | 1h      | 2h      | 6h      | 20h     | 25h     |         |         |         | 100h    |         |         |         |
| fissuration finale            | 650°C   |         | 950°C   |         | 650°C   |         |         |         | 950°C   |         |         |         |
| $\Delta a$ ( $\mu\text{m}$ )  | 57,5    | 7,8     | 52,8    | 94,4    | 18,4    | 43,4    | 57      | 84,4    | 90,8    | 33      | 161,6   | 85      |
| orientation secondaire        | [110]   | [110]   | [110]   | [010]   | [010]   | [110]   | [110]   | [110]   | [110]   | [010]   | [010]   | [010]   |
| nom de l'éprouvette           | X2261B3 | X2001A1 | X3007A2 | X1961F1 | X1961E2 | X2007A1 | X2261B2 | X2261B1 | X2001C1 | X1961E1 | X1961D2 | X1961F2 |

Figure 4.50: Résultats obtenus par Fleury sur la fragilisation de l'AM1 standard traité à 1100°C (Fleury, 1991).

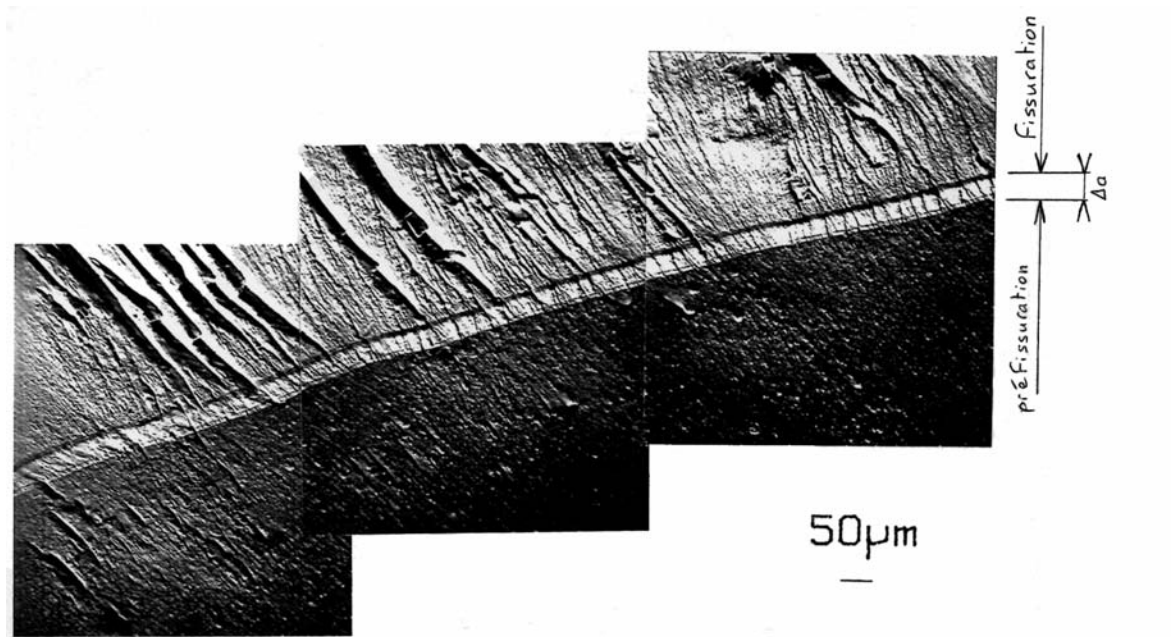


Figure 4.51: Micrographie MEB du faciès d'une éprouvette d'AM1 standard  $\gamma(001)[110]$  oxydée à 950°C pendant 100 heures, puis testée à 650°C (Fleury, 1991).

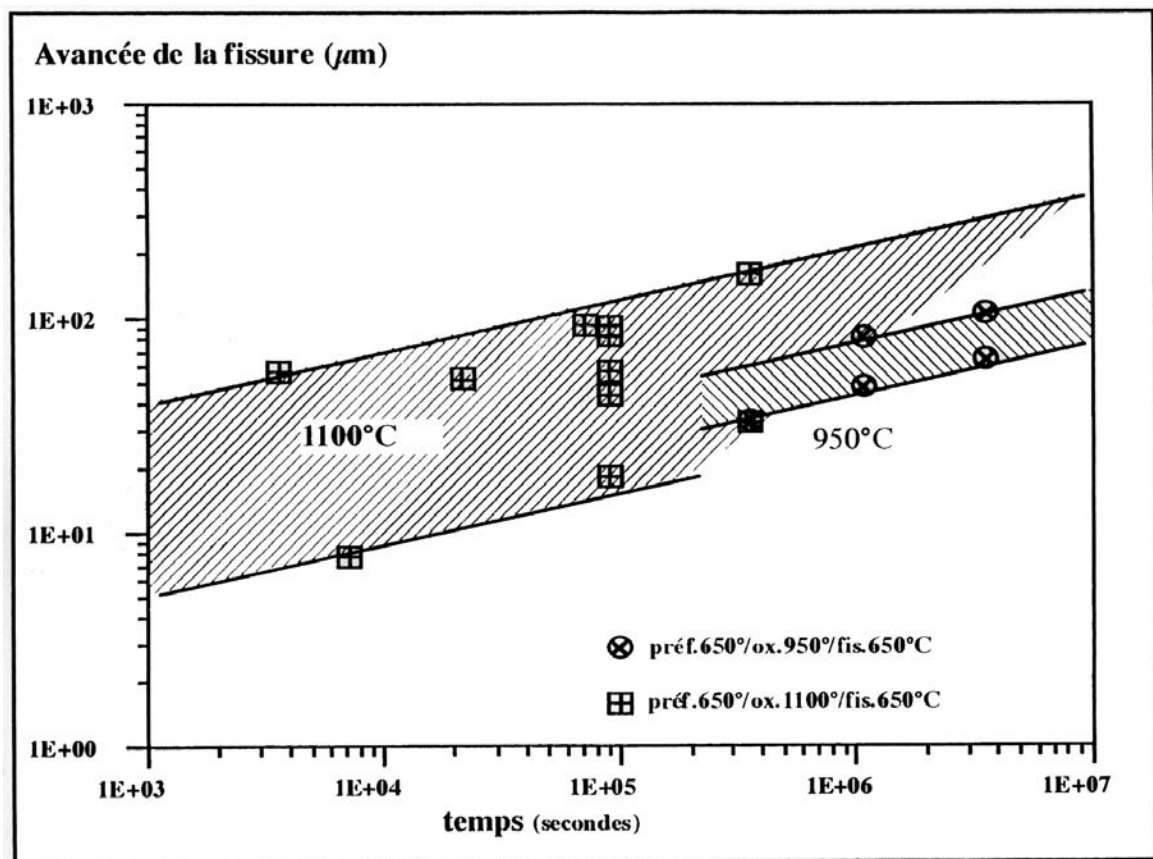


Figure 4.52: Longueur de la zone fragilisée en fonction de la durée du traitement d'oxydation (Fleury, 1991).

### 4.3.1.2 Analyse chimique

Fleury a effectué des mesures par microsonde WDS afin de déterminer si la fragilisation observée était due à une diffusion de l'oxygène dans le matériau.

Dans un premier temps, il a effectué une mesure sur une fissure secondaire dans une éprouvette de fatigue oligocyclique (LCF) sollicitée à 1100°C et à fort niveau de déformation ( $\Delta\epsilon_t = 2\%$ ). Il apparaît qu'après 140 cycles l'oxygène est présent dans le matériau au-delà de la couche d'alumine. Ceci se comprend par le niveau de déformation plastique très important en pointe de fissure, qui accélère l'oxydation.

Dans le cas du PWA1483 traité à 950°C, nous avons montré que la longueur oxydée mesurée par microsonde à la pointe de fissure ne dépasse pas 1 à 2  $\mu\text{m}$ , alors que la longueur fragilisée atteint 70 à 100  $\mu\text{m}$ . Fleury a aussi observé une telle différence en analysant une éprouvette CT préfissurée et traitée 100 heures à 1100°C. Les résultats obtenus par WDS montrent une concentration en oxygène d'environ 7 % sur une longueur de 1  $\mu\text{m}$ . Cette profondeur de pénétration est très faible par rapport à la longueur fragilisée (entre 33 et 161  $\mu\text{m}$ , d'après les résultats du tableau de la figure 4.50). Les mesures sur des superalliages polycristallins (Rezaï-Aria, 1986; Malpertu, 1987; Bernède, 1994) avaient aussi révélé que la longueur fragilisée est généralement très supérieure à la profondeur de pénétration des oxydes (mesurée ou calculée avec une cinétique en  $t^{1/4}$ ), mais pas dans des proportions aussi importantes. Par exemple, Bernède trouve un facteur proche de 5 pour une éprouvette oxydée 400 heures à 900°C. Pour l'IN100, le facteur entre longueur oxydée et longueur fragilisée est compris entre 6 et 10 (Malpertu, 1987), alors que pour le Mar-M509 il vaut 30 à 40 (Rezaï-Aria, 1986; Rezaï-Aria et Rémy, 1989).

Pour expliquer ce phénomène, Fleury suppose que l'oxygène diffuse plus profondément, dans les interfaces  $\gamma/\gamma'$  par exemple, mais que ce phénomène n'est pas accessible à la mesure par microsonde en raison de la taille trop importante de la poire d'interaction.

### 4.3.2 Essais de fissuration sur AM1 bas soufre

Nous avons réalisé les mêmes expériences que Fleury mais sur de l'AM1 bas soufre, afin de voir si la réduction de la teneur en soufre diminue la longueur fragilisée. Les orientations de fissure étudiées par Fleury pour une oxydation à 950°C étaient presque toutes  $\gamma(001)[110]$  (un seul essai sur une orientation  $\gamma(001)[100]$  traitée à 950°C avait été mené avec pour résultat une fissure bloquée : cf. tableau de la figure 4.49). Or nous ne disposions que d'éprouvettes d'orientation  $\gamma(001)[100]$  en AM1 bas soufre. Nous avons donc fait l'hypothèse qu'il n'y a pas d'influence de l'orientation cristallographique sur la longueur fragilisée à 950°C. Cette hypothèse est vérifiée dans le cas d'un traitement thermique à 1100°C (tableau de la figure 4.50).

Deux éprouvettes CT (X6748B2, X6748A2) sont préfissurées à 650°C, puis oxydées durant respectivement 300 et 1200h. La température de la fissuration consécutive est de 650°C, à une fréquence de 0,1 Hz et un rapport de charge de 0,1. Les résultats sont reportés dans le tableau 4.53. Par ailleurs, une éprouvette de référence (X6748D1), n'ayant pas subi de traitement thermique, est testée à 650°C et 20 Hz.

Les courbes  $da/dN - \Delta K$  obtenues pour l'éprouvette de référence et les deux éprouvettes traitées thermiquement sont représentées à la figure 4.54. On constate que le phénomène de fragilisation est bien mis en évidence pour les éprouvettes traitées dans l'air à 950°C : on obtient de fortes vitesses de propagation de fissure à de faibles valeurs du facteur d'intensité des contraintes. Comme pour le PWA1483, dans la zone fragilisée, la fissure tend à ralentir lorsque le  $\Delta K$  augmente, ce qui traduit le fait que la ténacité locale du matériau augmente plus vite que le facteur d'intensité des contraintes. Les courbes obtenues pour les éprouvettes



| <b>AM1 (001)[100]</b> |                                  |                              |                             |       |             |                     |                    |   |   |                                 |
|-----------------------|----------------------------------|------------------------------|-----------------------------|-------|-------------|---------------------|--------------------|---|---|---------------------------------|
| Specimen<br>i.d.      | Oxidation<br>temperature<br>(°C) | Oxidation<br>duration<br>(h) | Pre-crack<br>length<br>(mm) | a/w   | Pmax<br>(N) | Kmax<br>Mpa.sqrt(m) | da/dN<br>(m/cycle) | plastic zone size<br>(plane strain)<br>(μm) | plastic zone size<br>(plane stress)<br>(μm) | Embrittled<br>length l.<br>(μm) |
| 6748B2                | 950                              | 300                          | 9,81                        | 0,307 | 1350        | 7,30                | 3,65E-09           | 6,0   | 18,0  | 63                              |
| 6748A2                | 950                              | 1200                         | 9,96                        | 0,311 | 1050        | 5,75                | 3,81E-09           | 3,7   | 11,2  | ?                               |

Figure 4.53: Résultats des essais de fragilisation menés sur l'AM1 bas soufre préoxydé à 950°C.

fragilisées rejoignent alors la courbe de référence. On a alors des vitesses de propagation de fissure très proches pour les trois essais (l'essai de référence n'a pas pu être poursuivi à plus grand  $\Delta K$  en raison d'un problème expérimental).

### 4.3.3 Observation des éprouvettes d'AM1 bas soufre

Dans cette section, il ne s'agit pas d'effectuer une revue exhaustive de tous les chemins de fissure et de tous les faciès de rupture, mais de souligner les points de similitude et de différence par rapport aux essais menés avec le PWA1483.

#### 4.3.3.1 Eprouvette traitée 950°C/300h X6748B2

Cet essai est l'homologue de deux essais réalisés par Fleury (éprouvettes X2007A3 et X2001F3 dans le tableau de la figure 4.49), si ce n'est que l'orientation cristallographique de la fissure était  $\gamma(001)[110]$  pour Fleury, alors que notre éprouvette est orientée  $\gamma(001)[100]$ .

Comme on peut le constater sur la figure 4.55, le front de préfissure présente une courbure particulièrement importante. L'aspect du faciès est plus "propre" que dans le cas du PWA1483, notamment parce qu'il y a moins de carbures. Le faciès de la zone de préfissure est caractérisé par la présence de nodules d'oxyde comprenant de "gros" nodules (entre 3 et 7  $\mu\text{m}$  de diamètre) et des nodules plus petits, mais nombreux (de taille inférieure au micromètre). Quant à la zone de fissuration, elle se distingue par son aspect très peu oxydé (figure 4.56). Les précipités  $\gamma'$  sont très clairement visibles. Cette surface se distingue aussi par la présence de reliefs. Entre ces deux zones, se trouve la zone fragilisée, qui apparaît comme une bande claire, dont les contours sont bien définis. Comme pour le PWA1483, cette surface est caractérisée par la présence de nodules très fins. On constate que cette bande ne se poursuit pas jusqu'aux bords de l'éprouvette. Or la mesure optique n'avait révélé aucune propagation de fissure apparente, malgré une nette variation de potentiel électrique. Ceci vient confirmer que ce liseré clair correspond à la zone fragilisée. La mesure de cette zone révèle une longueur fragilisée de 63  $\mu\text{m}$ . C'est tout à fait cohérent avec les valeurs données par Fleury (47,9  $\mu\text{m}$  pour l'éprouvette X2007A3 et 81,5  $\mu\text{m}$  pour l'éprouvette X2001F3). Il ne semble donc pas y avoir pour l'instant de suppression ou de diminution notable de la taille de la zone fragilisée dans le cas de l'AM1 bas soufre par rapport à la version standard.

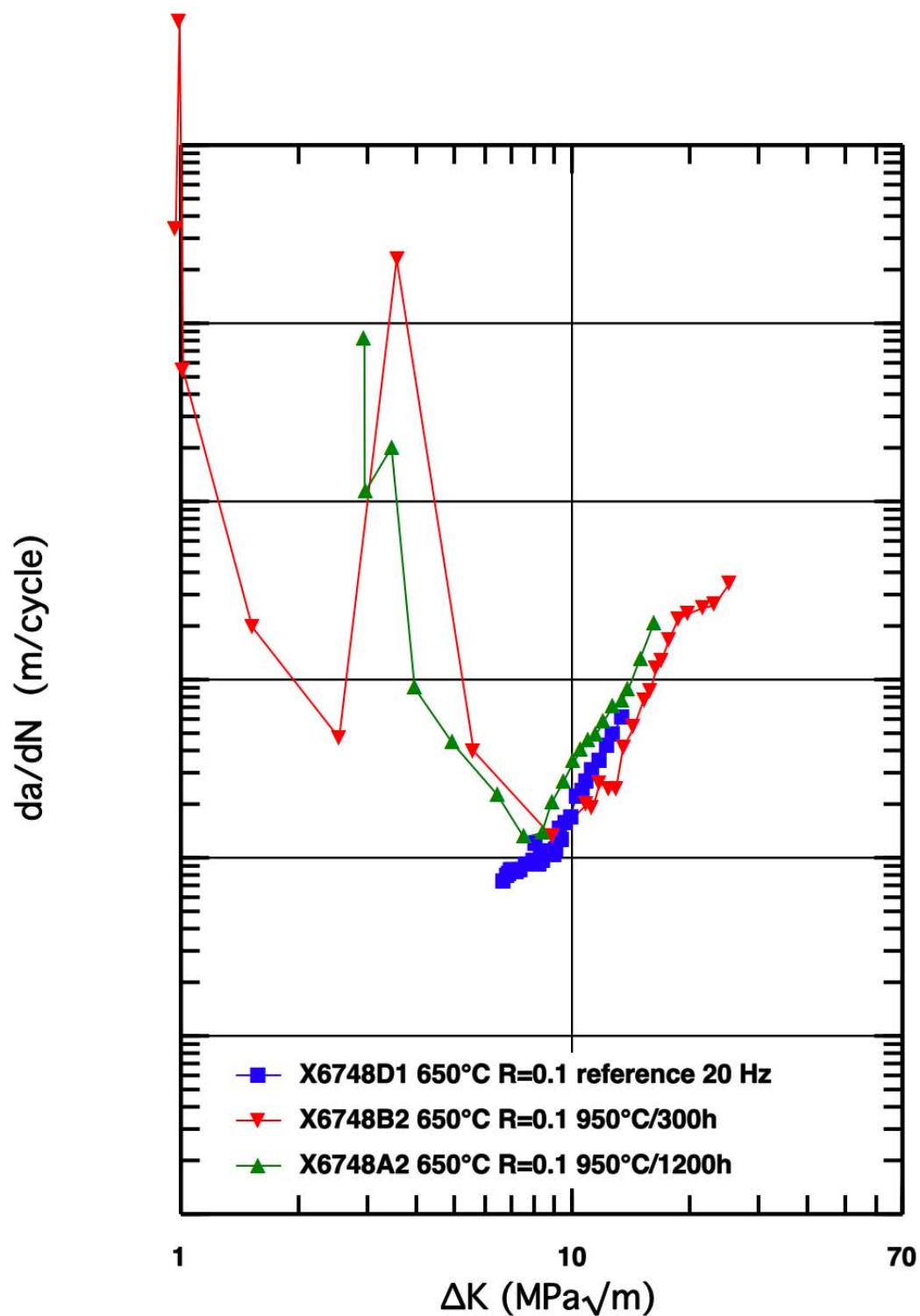


Figure 4.54: Comparaison entre les courbes de fissuration sur l'éprouvette de référence et les éprouvettes en AM1 bas soufre préoxydées à 950°C. Orientation de la fissure :  $\gamma(001)[100]$

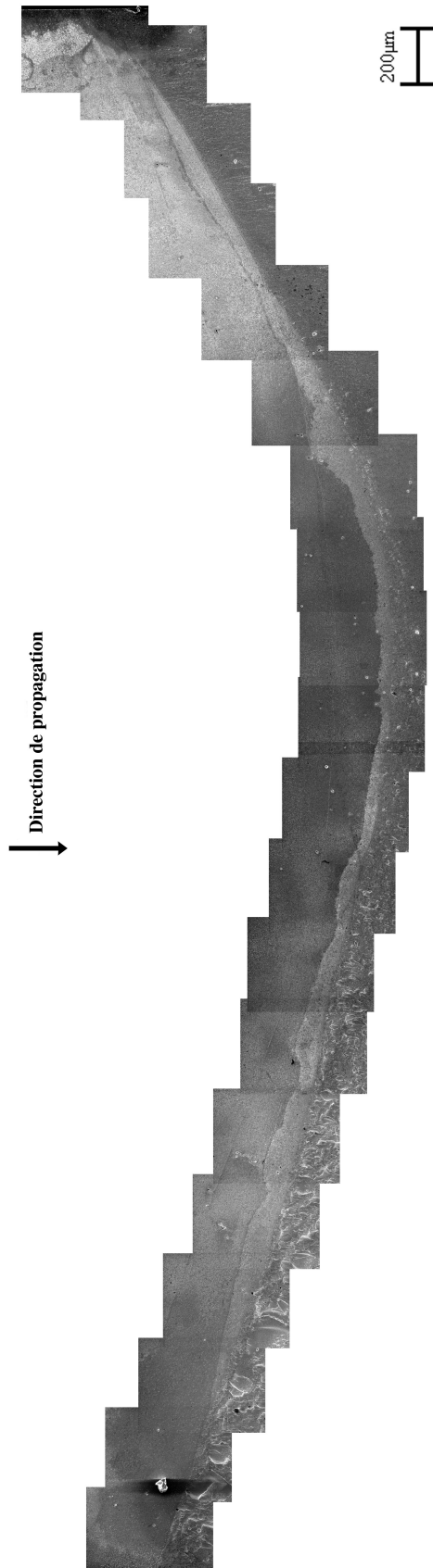


Figure 4.55: Faciès complet de l'éprouvette X6748B2 en AM1 bas soufre (950°C/300h) post mortem.

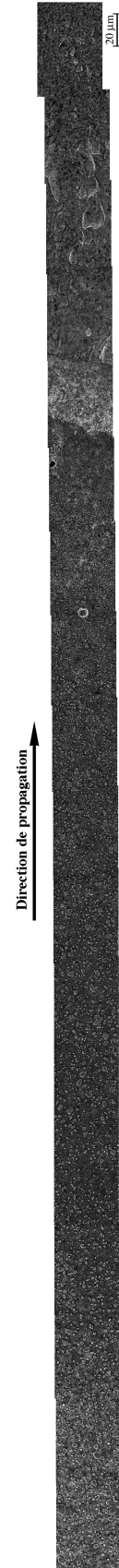


Figure 4.56: Détails du faciès de la fissure selon une bande au centre de l'éprouvette X6748B2.

#### 4.3.3.2 Eprouvette traitée 950°C/1200h X6748A2

Cette éprouvette a été analysée à la microsonde de Castaing après avoir été préfissurée et traitée thermiquement. Les images X révèlent comme précédemment l'absence de zone riche en oxygène à plus d'un ou deux micromètres de la pointe de fissure, malgré la longue durée du traitement thermique (1200 heures). Un segment d'analyse quantitative de 300  $\mu\text{m}$  réalisé en partant 4 micromètres avant la pointe de préfissure révèle que la concentration en oxygène est quasiment nulle ensuite (figure 4.57).

Le phénomène de fragilisation a bien été observé macroscopiquement. Nous n'avons par contre pas pu analyser le faciès de rupture au microscope électronique pour repérer la zone fragilisée et déterminer sa longueur.

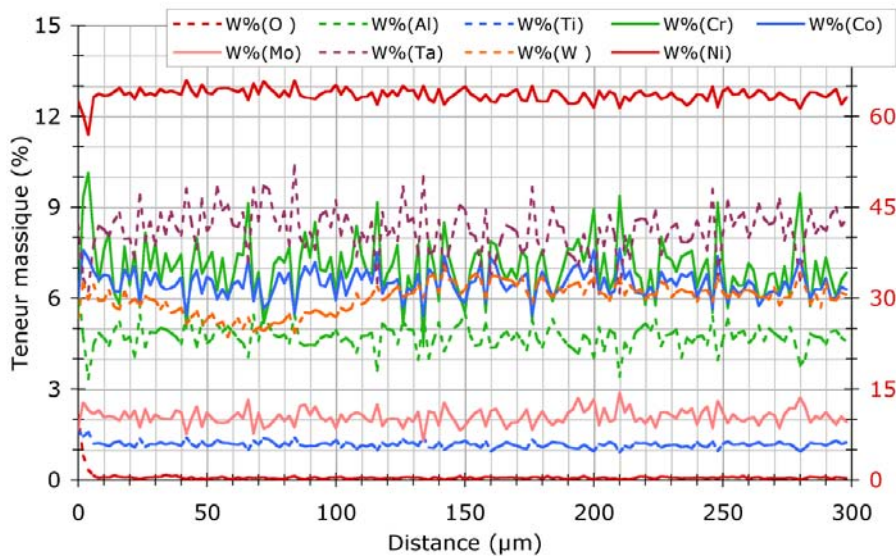


Figure 4.57: Teneur en éléments sur le segment horizontal, éprouvette X6748B2 (AM1 bs 950°C/300h). La pointe de fissure se situe à  $x = 4 \mu\text{m}$ .

La concentration massique moyenne des différents éléments est indiquée dans le tableau 4.3. Les valeurs trouvées sont très proches de la composition nominale de l'AM1 (cf. tableau 1.1).

|            | Cr  | Co  | Mo  | W   | Ta  | Ti  | Ni   |
|------------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| Moyenne    | 7,0 | 6,5 | 2,1 | 6,0 | 8,3 | 1,2 | Bal. |
| Ecart type | 0,9 | 0,4 | 0,3 | 0,5 | 0,7 | 0,1 | 0,9  |

Tableau 4.3: Composition chimique massique de l'éprouvette X6748A1 (AM1 bs) après 1200h à 950°C à la pointe de la préfissure, avant fissuration (en %).

#### 4.3.4 Conclusions sur la fragilisation de l'AM1 bas soufre

Des expériences comparables à celles menées par Fleury (Fleury, 1991) ont été menées avec de l'AM1 bas soufre afin d'estimer le rôle joué par le soufre dans la fragilisation du superalliage. Il apparaît que dans le cas d'une éprouvette oxydée 300 heures à 950°C, la zone fragilisée mesurée sur le faciès de rupture est de taille comparable à celle mesurée par Fleury. Des analyses par microsonde sur une éprouvette exposée 1200 heures à 950°C ne permettent pas de détecter d'oxygène dès que l'on se situe à plus de 1 ou 2  $\mu\text{m}$  de la pointe de la préfissure.

## 4.4 Discussion

### 4.4.1 Origines possibles de la fragilisation

La fragilisation mise en évidence avec le PWA1483 et l'AM1 bas soufre a pu être quantifiée, mais nos mesures par microsonde électronique n'ont pas permis de détecter de présence d'oxygène au-delà de 1 à 2  $\mu\text{m}$  à la pointe de fissure. On suppose donc que ce sont des mécanismes à l'échelle nanométrique qui contrôlent cette oxydation. Par exemple, certains auteurs ont rencontré des difficultés pour étudier la fragilisation sur des alliages polycristallins présentant une oxydation préférentielle intergranulaire (Bernède, 1994). En effet, la diffusion s'effectue aux joints de grain, dans des interfaces d'une épaisseur de l'ordre de  $10^{-8}$  m, ce qui rend impossible une mesure à la microsonde, dont la poire d'interaction englobe un volume de matière trop important.

On pense qu'il pourrait par exemple y avoir une diffusion de l'oxygène aux interfaces  $\gamma/\gamma'$ . Il serait donc très intéressant d'effectuer des analyses approfondies avec des appareillages expérimentaux permettant de détecter des phénomènes surfaciques : microscopie électronique haute résolution, microscopie en transmission, SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry), électrons Auger, etc.

Le soufre, que nous avons suspecté de jouer un rôle dans la fragilisation, ne semble pas extrêmement influent au regard des expériences menées sur l'AM1 bas soufre. Il serait cependant judicieux d'approfondir cette question en procédant à des analyses complémentaires grâce aux appareils cités ci-dessus.

Enfin, la déstabilisation des précipités  $\gamma'$  (dissolution, coalescence) n'a pas été étudiée suffisamment dans cette étude alors qu'elle pourrait être une cause de fragilisation. Il serait pertinent d'étudier le lien de ce phénomène avec la fragilisation du superalliage.

### 4.4.2 Lien entre longueur oxydée et longueur fragilisée

Plusieurs auteurs (Rezaï-Aria, 1986; Malpertu, 1987; Francois, 1989; Rezaï-Aria et Rémy, 1989; Rémy *et al.*, 1993; Bernède, 1994) ont constaté sur des superalliages polycristallins à base de cobalt ou de nickel que la longueur de la zone fragilisée est beaucoup plus importante que la profondeur du pic d'oxyde. Ils font l'hypothèse que l'oxygène diffuse au-delà de la couche d'oxyde mesurée, sous forme dispersée (nano-nodules d'oxyde) ou sous forme de solution solide. En s'appuyant sur les courbes de fissuration d'éprouvettes fragilisées et sur des analyses chimiques (par exemple, (Rezaï-Aria, 1986; Fleury, 1991)), ils ont réussi à tracer l'évolution de la ténacité locale du matériau  $\sigma_c$  en fonction de la distance à la pointe de la fissure  $x$  rapportée à la longueur du pic d'oxyde  $l_{ox}$ . Ce calcul s'effectue en s'appuyant sur une équation d'endommagement en fatigue dérivée de celle de Forman (Forman *et al.*, 1967), proposée par Rezaï-Aria et Rémy (Rezaï-Aria et Rémy, 1989) et réexploitée par Fleury (Fleury, 1991) sous la forme :

$$\frac{1}{N(\lambda)} = \frac{A^{1/B} \left( \frac{\Delta\sigma_{yy}}{2} \right)^{-1/B}}{(1-R)(\sigma_c - \sigma_{max})^\alpha} \quad (4.8)$$

où  $N(\lambda)$  est le nombre de cycles nécessaires pour casser un volume élémentaire de taille  $\lambda$  à la pointe de la fissure (McClintock, 1963),  $R$  est le rapport de charge,  $\sigma_{yy}$  la contrainte d'ouverture,  $\sigma_{max}$  est la contrainte maximale  $\sigma_{yy}$  dans la boîte de taille  $\lambda$ .  $A$ ,  $B$  et  $\alpha$  sont trois constantes identifiées sur les essais de fissuration pour différentes valeurs de  $R$ .

On trouve alors la variation de  $\sigma_c$  en fonction de  $x/l_{ox}$ , où  $l_{ox}$  est la longueur du pic d'oxyde qui est calculée en considérant une cinétique en  $t^{1/4}$ . On constate que pour un alliage polycristallin comme l'IN100, dont la fragilisation est intergranulaire, la ténacité augmente de manière exponentielle lorsqu'on s'éloigne de la pointe de fissure (figure 4.58). Dans le cas de l'AM1, le calage des paramètres fait par Fleury (Fleury, 1991) conduit à une variation plus brutale de la ténacité avec la distance (figure 4.59).

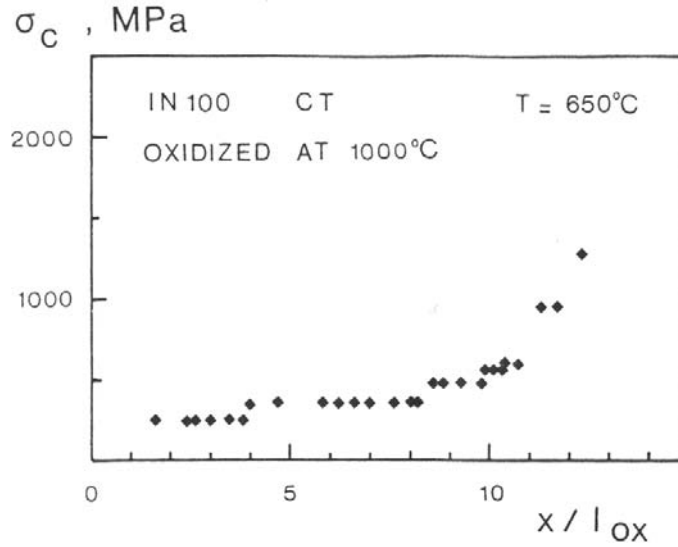


Figure 4.58: Variation de la contrainte locale de rupture  $\sigma_c$  en fonction de la distance à la pointe de la fissure dans l'IN100 (Rémy *et al.*, 1993).

Il n'est hélas pas possible dans notre cas de calculer la profondeur de pénétration d'oxyde pour le PWA1483, car nous ne disposons que de la cinétique d'oxydation statique de la matrice (en  $t^{1/2}$ ) déterminée par le BAM (cf. début de ce chapitre). La cinétique d'oxydation préférentielle (usuellement en  $t^{1/4}$ ) ne peut être déterminée que grâce à des essais d'oxydation sur éprouvettes LCF exposées à haute température. Ces éprouvettes étant cyclées à une amplitude de déformation connue, on observe des coupes du matériau endommagé après une durée de cyclage connue. On peut alors mesurer la profondeur du pic d'oxyde à la pointe des fissures. Si l'on reporte pour chaque éprouvette  $l_{ox}^4/t$  en fonction de  $\Delta\epsilon_{in}^2/4$ , on peut trouver les paramètres  $\alpha_0$  et  $\epsilon^*$  exposés dans l'équation 4.6. On a ainsi la constante d'oxydation préférentielle du matériau, et le paramètre  $\epsilon^*$  qui caractérise l'interaction avec la déformation plastique. Alam (Alam et Rémy, 2001) a trouvé  $\alpha_0 = 4.47 \cdot 10^{-7} \text{ m.s}^{-1/4}$  dans son étude sur la durée de vie du CMSX-4 (superalliage à base de nickel de deuxième génération). En l'absence de tels essais, il n'est pas possible à notre connaissance de déterminer  $\alpha_0$  simplement en connaissant la cinétique d'oxydation de la matrice.

Cependant, on constate que les longueurs fragilisées mesurées sur les faciès vérifient avec une très bonne précision une loi en  $t^{1/4}$  : la longueur fragilisée après 300h vaut  $70 \mu\text{m}$ , ce qui signifie qu'au bout de 1200h d'exposition, on devrait avoir une longueur fragilisée  $4^{1/4}$  fois plus grande, soit  $99 \mu\text{m}$ . Or notre mesure donne  $100 \mu\text{m}$ , ce qui confirme qu'une cinétique en  $t^{1/4}$  est pertinente. On a donc une relation du type :

$$l_f = \alpha t^{1/4} \quad (4.9)$$

avec  $\alpha \simeq 2,182 \cdot 10^{-6} \text{ m.s}^{-1/4}$ .

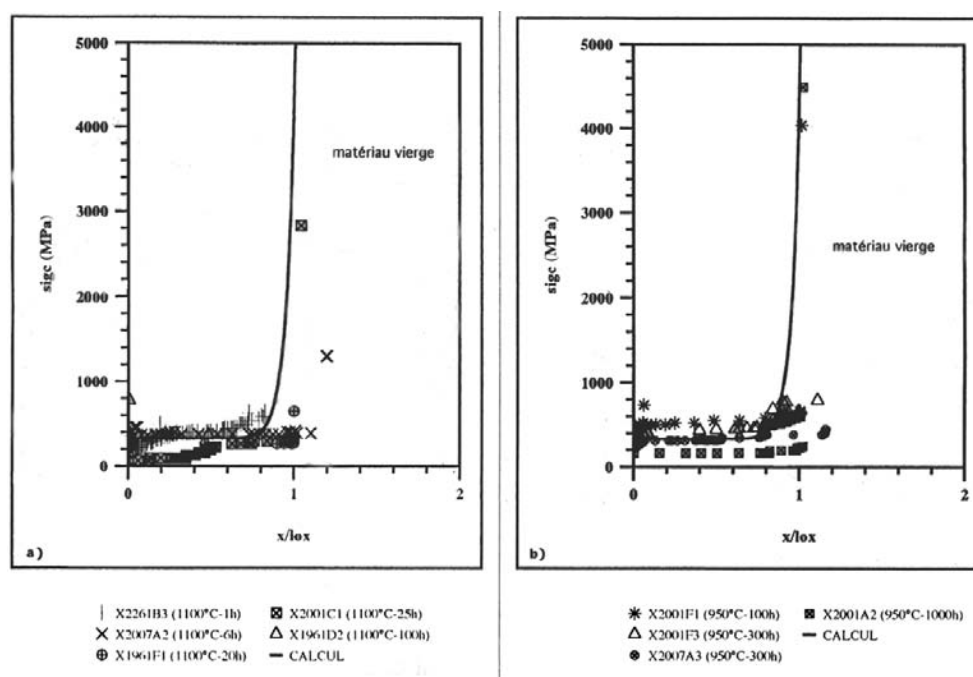


Figure 4.59: Variation de la contrainte locale de rupture  $\sigma_c$  en fonction de la distance à la pointe de la fissure dans l'AM1 standard. (a) Epruvettes fissurées à 650°C. (b) Epruvettes fissurées à 950°C. (Fleury, 1991).

C'est tout à fait cohérent avec les valeurs trouvées par Fleury pour l'AM1 standard (cf. page 144).

Il convient de noter que la méthodologie employée permet de mettre en évidence le phénomène de fragilisation pour des sollicitations anisothermes : une exposition prolongée à haute température sous faible contrainte modifie les caractéristiques du matériau à la pointe de la fissure, ce qui engendre une vitesse de fissuration très élevée sous faibles charges à moyenne température. La température à laquelle est appliqué le chargement final influence la taille de la zone fragilisée, comme l'a montré Fleury (Fleury, 1991). Il se peut donc que la fragilisation soit fortement atténuée dans le cas de sollicitations à haute température à l'issue du traitement thermique. Une diminution de la résistance mécanique de la couche d'oxyde à la pointe de la fissure ou une meilleure dissipation de l'énergie de rupture due à la viscoplasticité du substrat à haute température pourraient expliquer ce phénomène. Ceci irait aussi dans le sens des essais de fissuration présentés au chapitre 3 qui tendent à montrer que l'influence de l'oxydation sur la propagation de fissure est faible.

Néanmoins, les modèles de propagation de fissure doivent tenir compte du caractère anisotherme des sollicitations. Comme le phénomène de fragilisation semble bien avoir lieu en conditions anisothermes, les modèles de propagation de fissure devront le modéliser. Néanmoins, nous n'utilisons pas directement les résultats exposés dans ce chapitre pour le développement des modèles de fissuration *isothermes* présentés au chapitre 6. Mais ce travail permettra d'adapter les modèles au cas anisotherme.

## 4.5 Conclusions du chapitre 4

Dans ce chapitre, nous avons d'abord rappelé les principales caractéristiques de l'oxydation des superalliages : une cinétique généralement en  $t^{1/2}$  pour l'oxydation surfacique, avec présence fréquente d'une oxydation préférentielle dont la cinétique est en  $t^{1/4}$ , ce qui correspond au modèle de Fisher (Fisher, 1951) pour la diffusion aux joints de grain. On a aussi rappelé l'importance de l'interaction entre oxydation et déformation. Enfin, une synthèse de l'étude du BAM (Pfennig, 2005) sur l'oxydation statique du PWA1483 a été faite. On vérifie bien que l'oxydation superficielle de l'alliage suit une loi en  $t^{1/2}$ .

Nous avons mené une étude sur la fragilisation du PWA1483 et de l'AM1 bas soufre. Des éprouvettes CT préfissurées sont exposées à 950°C pendant 300 à 1200h dans l'air. L'éprouvette est ensuite fissurée et on constate une fragilisation du matériau sur quelques dizaines de micromètres : dans cette zone, on observe des vitesses de fissuration élevées à des niveaux de chargement très faibles. Cette constatation macroscopique est confirmée par les observations du faciès de rupture qui permettent de distinguer une zone d'aspect singulier, recouverte de nodules d'oxyde très fins alors que cette surface n'était pas exposée à l'air pendant le traitement thermique. La taille de la zone fragilisée est de 70  $\mu\text{m}$  pour le PWA1483 traité 950°C/300h, 100  $\mu\text{m}$  pour le PWA1483 traité 950°C/1200h, et 63  $\mu\text{m}$  pour l'AM1 bas soufre traité 950°C/300h. Ceci montre qu'on est en présence d'une cinétique en  $t^{1/4}$  dans le cas du PWA1483. Par ailleurs, la taille de la zone fragilisée pour l'éprouvette en AM1 bas soufre 950°C/300h est comparable aux longueurs de zone fragilisée trouvées par Fleury sur l'AM1 standard (Fleury, 1991).

En ce qui concerne les mécanismes à l'origine de la fragilisation, il n'a pas été possible de les mettre clairement en évidence. Cependant, certains points méritent d'être mis en exergue :

1. Il n'y a pas d'oxydation massive à la pointe de la fissure après traitement thermique, comme le montrent les mesures qualitatives et quantitatives effectuées à la microsonde.
2. Il est probable que l'on soit en présence d'un mécanisme de diffusion sur des interfaces, ce qui expliquerait qu'on ne puisse rien mesurer à la microsonde électronique, et serait cohérent avec la cinétique en  $t^{1/4}$  observée, qui est caractéristique d'une diffusion très localisée.
3. La déstabilisation des précipités  $\gamma'$  mériterait d'être étudiée de façon plus approfondie, par microscopie électronique haute résolution.
4. Le rôle de l'élément soufre mériterait aussi une analyse plus approfondie, en raison de l'importance qu'il s'est avéré avoir pour les systèmes barrières thermiques (Guerre, 2002) et de son influence sur l'oxydation des superalliages à base de nickel. Cependant, l'essai effectué sur une éprouvette d'AM1 bas soufre (0,1 ppm de soufre) oxydée 950°C/300h révèle que la taille de la zone fragilisée est comparable à celles mesurées par Fleury sur de l'AM1 standard (2 ppm de soufre).

Les résultats obtenus dans ce chapitre montrent que la longueur de la zone fragilisée dépend du temps. Ces résultats ne sont pas utilisés directement dans les modèles de propagation de fissure que nous proposons car nous nous sommes limités au cas isotherme. Mais ils seront utilisés pour l'extension des modèles du chapitre 6 au cas anisotherme.



## Chapitre 5

# Calculs de champs en pointe de fissure à haute température sous sollicitations cycliques

### Sommaire

---

|            |  |            |
|------------|--|------------|
| <b>5.1</b> | <b>Abstract</b>                                      | <b>155</b> |
| <b>5.2</b> | <b>Introduction</b>                                  | <b>156</b> |
| <b>5.3</b> | <b>Computational tools</b>                           | <b>158</b> |
| 5.3.1      | Constitutive laws                                    | 158        |
| 5.3.2      | Loading sequence, mesh and boundary conditions       | 158        |
| <b>5.4</b> | <b>Creep-fatigue loading conditions</b>              | <b>160</b> |
| 5.4.1      | Results  | 160        |
| 5.4.2      | Comparison with pure fatigue and pure creep loadings | 161        |
| <b>5.5</b> | <b>Conclusions of chapter 5</b>                      | <b>165</b> |
| <b>5.6</b> | <b>Acknowledgements</b>                              | <b>165</b> |

---

This chapter is a version of the article entitled "Crack-tip stress-strain fields in single crystal nickel-base superalloys at high temperature under cyclic loading" to appear in the journal *Computational Materials Science*. It presents the theory on crack tip stress and strain fields in ductile single crystals and thereafter focuses on crack tip fields in the specific case of cyclic loading conditions, considering a viscoplastic constitutive law. All finite elements simulations in this paper were done using the crystallographic model of Cailletaud (Méric *et al.*, 1991) calibrated by Hanriot (Hanriot, 1993) for standard AM1 at 950°C. Thus, no static recovery term is considered here.

### 5.1 Abstract

This work is related to life prediction of high-pressure single crystal turbine blades. Stress and strain fields are first analysed at the tip of a static crack subjected to creep-fatigue loading, assuming an elasto-viscoplastic single crystal behaviour model. Local ratchetting effects are observed, depending on the distance from the crack-tip. Creep-fatigue loadings are compared with pure fatigue and pure creep loadings. The significant differences are pointed out, especially stress relaxation and amount of plastic slip. These results will be useful for the development of a new life prediction tool, based on local approach to fracture.

## 5.2 Introduction

Improving the life prediction of high-pressure turbine blades in land-gas turbines and aerojet-engines is possible. Such blades are subjected to damaging thermomechanical fatigue loadings. Turbine blades are now frequently made of nickel-base superalloy single crystals, because of their excellent mechanical properties at high temperature, especially under creep loadings. Life prediction of these structures is a key feature for aerojet engines and gas turbines manufacturers. Present models are able to compute crack initiation time from elasto-viscoplastic finite element (FE) calculations. But these lifetime criteria are often too conservative : analyses performed on real structures have revealed that cracks may propagate and then stop, preserving the structure's integrity. The understanding of crack propagation in single crystal (SC) nickel-base superalloys is also necessary to predict crack growth rate as well as crack path.

The behaviour of such alloys has been extensively studied during the last twenty years, for various temperature ranges and loadings (fatigue, creep and creep-fatigue) (Hanriot *et al.*, 1991; Nouailhas et Culié, 1991; Cuitiño et Ortiz, 1992; Nouailhas *et al.*, 1993; Forest et Pilvin, 1996). It has been shown that these SC are prone to strain localization (Hanriot *et al.*, 1991; Chieragatti et Rémy, 1991).

The life prediction of these structures has also been studied. Most studies focused on crack initiation and were also applied to life prediction of volume elements, under isothermal and non-isothermal loading conditions (Koster *et al.*, 2002). Crack propagation at low (i.e.  $<650^{\circ}\text{C}$ ) and high (i.e.  $>750^{\circ}\text{C}$ ) temperature was investigated in (Defresne et Rémy, 1990; Fleury et Rémy, 1993; Henderson et Martin, 1996). Crack bifurcation has been observed in some temperature ranges (figure 5.1). These works have pointed out some crack growth mechanisms, but most proposed models (Koster *et al.*, 2002; Gallerneau et Chaboche, 1999; Chaboche et Gallerneau, 2001) were not designed to simulate explicitly crack growth.

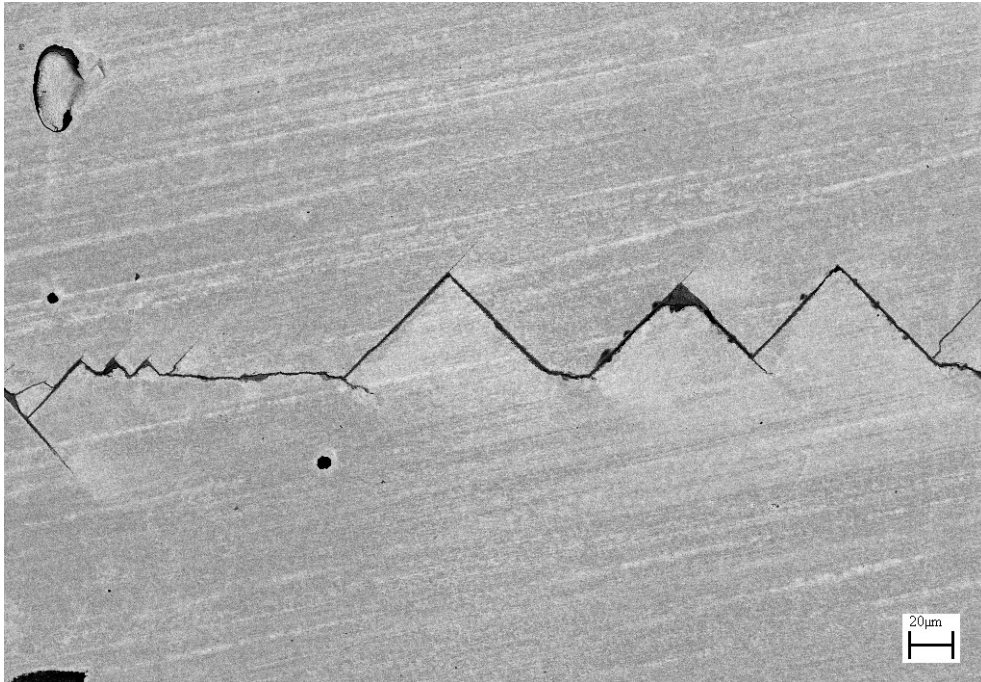


Figure 5.1: Example of successive crack bifurcations in a  $\gamma(001)[110]$  CT specimen in fatigue ( $T=650^{\circ}\text{C}$ ).

The difficulty to get structure-oriented models with these approaches leads us to focus on local approaches. Such kinds of approaches require the accurate calculation of stress and strain in the vicinity of the crack-tip (Besson *et al.*, 2004). For single crystals, classical solutions such as HRR fields for polycrystalline materials are not valid anymore, because of the strongly anisotropic nature of plastic deformation. Actually, these SC nickel-base superalloys have a face centred cubic (fcc) crystallographic structure. Their plastic deformation is due to plastic slip on 12 octahedral  $\{111\}\langle 110 \rangle$  and 6 cube  $\{100\}\langle 110 \rangle$  slip systems. In 1987, Rice (Rice, 1987) found the asymptotic solution for a  $\gamma(001)[110]$  crack orientation (where (001) is the crack plane and [110] is the crack propagation direction), considering several assumptions : plane strain state, elastic-perfectly plastic material behaviour, mode I and monotonic loading. This results in four sectors (A, B, C, D), in which the Cartesian components of stress are constant (figure 5.2). Between each sector, there is a strain localization band. The number of these bands, as well as their orientation and nature, depend on the crystal orientation with respect to the crack orientation. For the  $\gamma(001)[110]$  crack orientation, the three bands AB, BC and CD are respectively at  $54.7^\circ$ ,  $90^\circ$  and  $125.3^\circ$  from the crack propagation direction [110]. These bands will be used to indicate the location of plastic activation, but the results shown in this work strongly differ from the elastic-perfectly plastic case. The strain localization patterns at the crack-tip in SC have been extensively studied, numerically and experimentally (Rice *et al.*, 1990; Cuitiño et Ortiz, 1996; Forest *et al.*, 2001; Flouriot *et al.*, 2003a; Flouriot *et al.*, 2003b). A comprehensive analysis of crack orientations and localization patterns (including experimental observations) can be found in (Flouriot *et al.*, 2003b). Such an analysis is important because strain localization seems to be related to crack bifurcation (Forest *et al.*, 2001). The influence of fatigue loading has been studied in (Flouriot *et al.*, 2003a), for elastic-perfectly plastic material behaviour. However, to the authors' knowledge, no work has been done for creep-fatigue loadings, considering high temperature material behaviour.

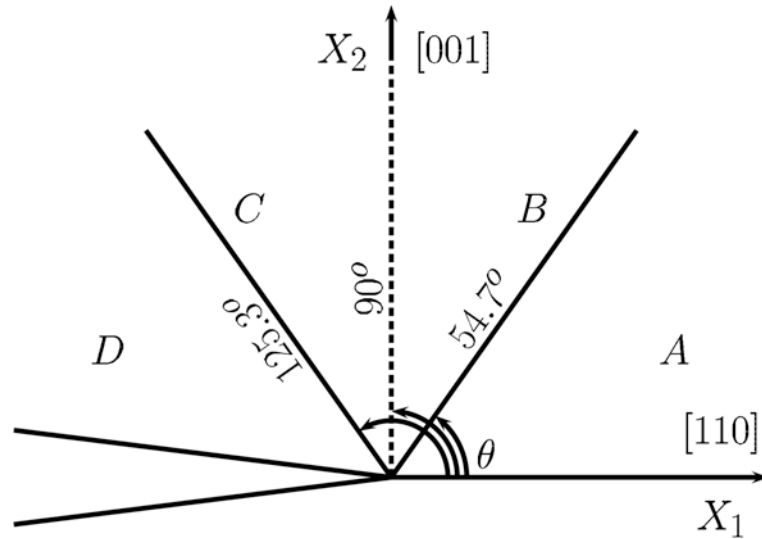


Figure 5.2: Constant stress sectors, according to Rice (Rice, 1987).

In the first section of this paper, the elasto-viscoplastic constitutive model used for finite element simulations is presented. The mesh, boundary conditions and loading conditions are also presented. The second section shows the results obtained for creep-fatigue loading conditions and focuses on the differences with pure fatigue or pure creep loading conditions. The

activation of slip systems is analysed around the crack-tip, and the evolution of slip as a function of time is shown for an octahedral slip system in front of the crack-tip.

## 5.3 Computational tools

### 5.3.1 Constitutive laws

Several models exist to describe the anisotropic behaviour of SC nickel-base superalloys, for a wide range of temperatures. It is possible to distinguish three main types of models :

- Phenomenological models, based on theory of invariants (Nouailhas et Culié, 1991; Li et Smith, 1998) ;
- Crystallographic phenomenological models (Cailletaud, 1987; Méric *et al.*, 1991) ;
- Crystallographic micromechanical models (Busso *et al.*, 2000; Fedelich, 2002).

Here, the modelling of material behaviour is done using Cailletaud's crystallographic model (Méric *et al.*, 1991), because of its low computational cost and its consistency with experimental results obtained for various crystal orientations. This model was calibrated for AM1 and CMSX4 single crystals under cyclic loadings by Hanriot (Hanriot *et al.*, 1991) and Köster (Koster *et al.*, 2002). The model is extensively presented in chapter 2, section 2.2. The model parameters chosen for the computations of the current chapter are the ones identified by Hanriot (Hanriot, 1993) for AM1 at 950°C. This means that no static recovery term appears in non linear kinematic hardening.

Cumulative octahedral and cube slip variables are defined as :

$$\dot{\gamma}_{cum}^{oct} = \sum_{s=1}^{12} |\dot{\gamma}_{oct}^s| \quad (5.1)$$

$$\dot{\gamma}_{cum}^{cub} = \sum_{s=1}^6 |\dot{\gamma}_{cub}^s| \quad (5.2)$$

Shear stresses are defined as :

$$\tau_{oct}^s = \mathbf{m}_{oct}^s : \boldsymbol{\sigma} \quad (5.3)$$

and

$$\tau_{cub}^s = \mathbf{m}_{cub}^s : \boldsymbol{\sigma} \quad (5.4)$$

### 5.3.2 Loading sequence, mesh and boundary conditions

The loading sequence is 1s monotonic loading / 90s hold time / 1s unloading (figure 5.3). The load ratio is defined as :  $R = \frac{K_{min}}{K_{max}} = 0.1$  and  $K_{max} = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , which are typical values for fatigue crack growth in superalloy SC. The orientation of the crack is  $\gamma(001)[110]$ . The 2D mesh (figure 5.4) is representative of a compact tension (CT) specimen, despite the fact that 3D meshes are in principle necessary to calculate plastic deformation in a CT specimen made of single crystal, as shown in [17]. This aims at saving computation time since many cycles will be simulated. The calculation is done under plane strain conditions. The mesh is a free mesh, except at the crack-tip, where  $5 \mu\text{m}$  square quadratic elements are used. Possible crack-closure effects are accounted for using a "positive displacement" boundary

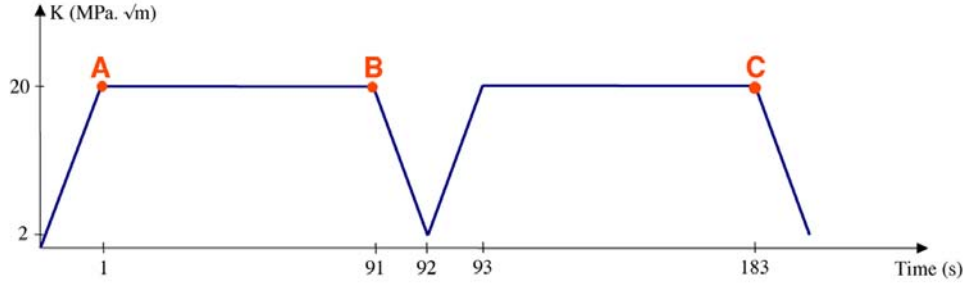


Figure 5.3: Loading sequence.

condition along the crack. The calculations are done with an updated mesh geometry, with the assumption of small strains (they are not larger than 10%). All finite element simulations were performed with the FE code Z-Set, developed at Ecole des Mines de Paris, ONERA and Northwest Numerics ([www.nwnumerics.com](http://www.nwnumerics.com)).

## 5.4 Creep-fatigue loading conditions

### 5.4.1 Results

On figure 5.5, the cumulative octahedral slip  $\gamma_{cum}^{oct}$  is plotted at three instants at the beginning of cycling. One can see that sectors B and D are activated. The largest increase of slip is obtained during the first dwell time. On figure 5.6, cumulated slip on octahedral and cube slip systems is plotted along a path surrounding the crack-tip at  $35 \mu\text{m}$  (see path on figure 5.4), at the end of the first dwell time and of the second dwell time. A peak is clearly visible at nearly  $90^\circ$  and means that cube slip is activated in a vertical sector. The amount of cumulated plastic slip on cube slip systems is very large, which is unusual in fcc single crystals. For octahedral slip, peaks are less pronounced. However, a local maximum is reached at approximately  $70-80^\circ$  and another at nearly  $135^\circ$ . We define a front band, located at  $75^\circ$  from  $[110]$ , i.e. where octahedral slip is predominant (figure 5.6).

Under plane strain conditions, plastic deformation in sector B (figure 5.2) is due to the simultaneous and symmetrical activation of two octahedral slip systems :  $(11\bar{1})[101]$  and  $(11\bar{1})[011]$ . The activation of these two slip systems is equivalent to the activation of a  $(11\bar{1})[112]$  system, called “effective slip system” in (Flouriot *et al.*, 2003b). The  $[112]$  direction is parallel to the plane defined by  $[001]$  and  $[110]$  and justifies the choice of the 2D mesh. Because of this symmetry, only octahedral slip system  $(11\bar{1})[101]$  (numbered 12 in Z-Set and on the figures) will be referred to. Hence, we analyse the evolution of slip and shear stress on this system at four points 1, 2, 3, 4 lying on the line at  $75^\circ$  (respective distances to the crack-tip  $\simeq 25, 50, 60$  and  $70 \mu\text{m}$ ) (figure 5.5). In fact, this area is thought to be the most important for crack propagation, because it is located in front of the crack tip : plastic slip in this band tends to make the crack propagate. Crack propagation along  $\{111\}$  planes has been also evidenced experimentally, in some temperature ranges (Fleury, 1991) (figure 5.1). Moreover, in the low temperature case, Flouriot has shown in (Flouriot *et al.*, 2003a) that for the  $\gamma(001)[110]$  crack orientation under pure fatigue loadings slip stops in the rear and vertical bands, whereas it is still activated in the front band.

On figure 5.7, the  $\tau_{oc12} - \gamma_{oc12}$  loops at points 1-4 illustrate the stress relaxation behaviour of the material on system 12. Actually, the mean stress relaxation can be clearly seen and a trend of strain saturation around 0.8% at point 1 is observed. A “local ratchetting effect” can be observed, especially for points 2-4 : this effect consists in the unlimited accumulation

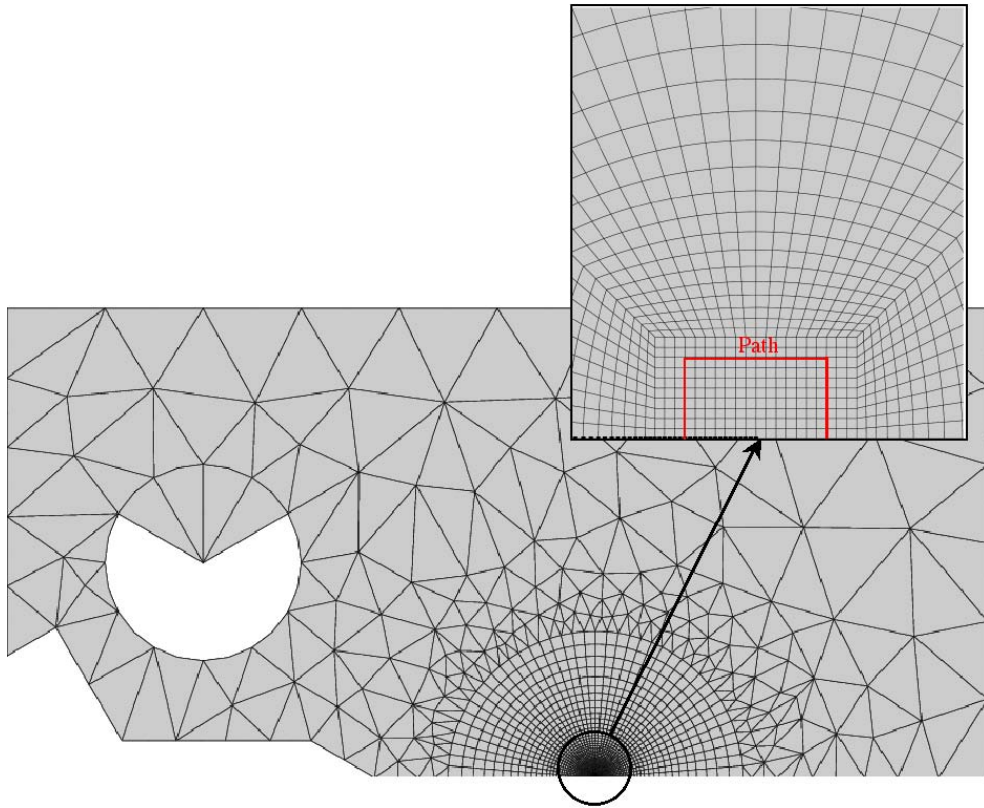


Figure 5.4: View of the CT mesh used for FE analyses.

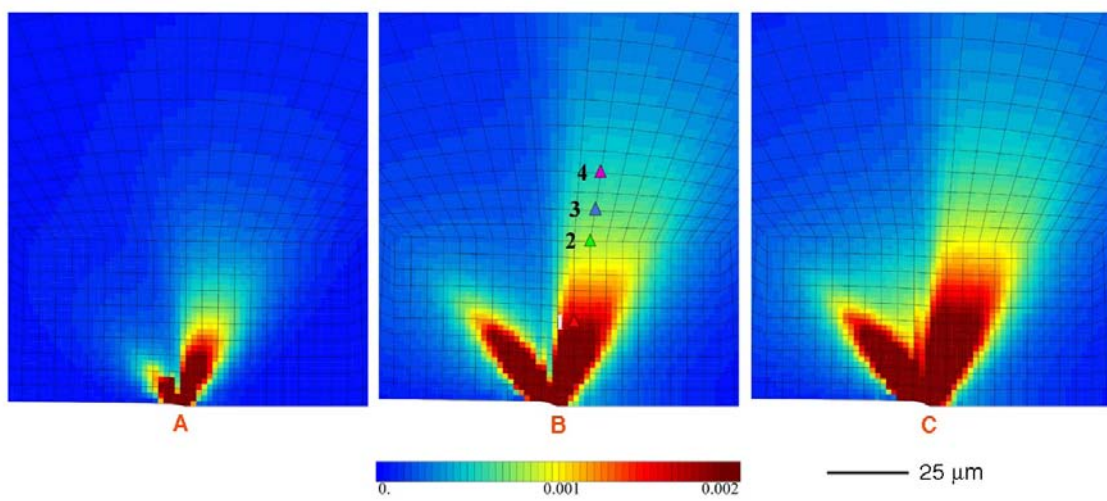


Figure 5.5: Octahedral slip isovalues, at three moments of the loading sequence, defined on figure 5.3.

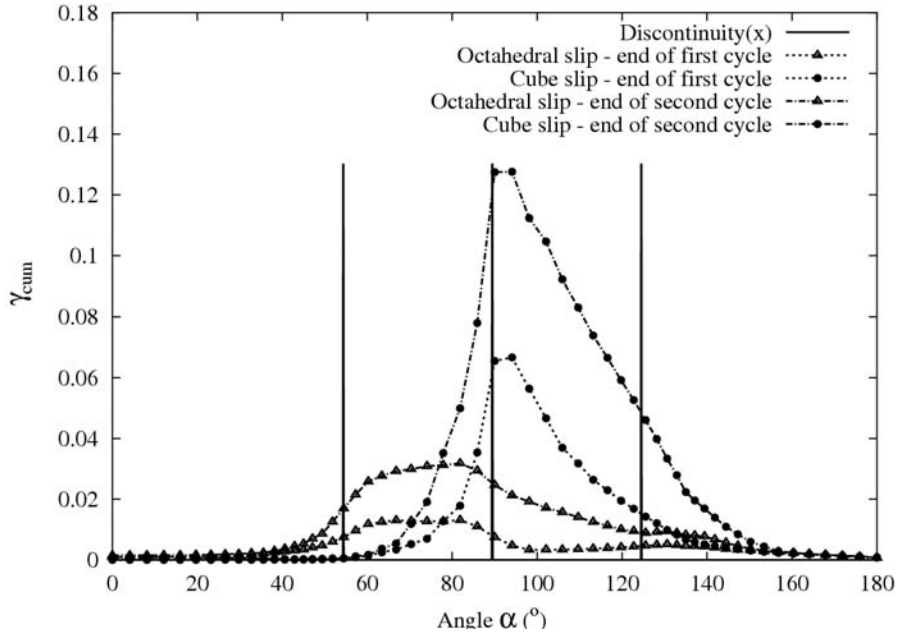


Figure 5.6: Amount of slip along a path surrounding the crack-tip.

of plastic slip during cycling, despite reverse loadings (for point 1, this phenomenon occurs during the 8 first cycles). Important stress relaxation during the first dwell time is observed.

On figure 5.8, plastic slip on system 12 is plotted as a function of time, for the points 1-4. The curves are rather different for point 1, point 2 and points 3-4, located further from the crack-tip. For point 1, the evolution of maximal plastic slip versus time is not monotonic. Actually, slip begins to increase at each cycle during the first 8 cycles, up to a maximum. Then, it decreases up to  $t=4000s$  ( $\simeq 43$  cycles), and after that it rises again, reaching the maximum value again. Computations with higher cycle number are necessary to know whether this oscillatory behaviour goes on or stops at a stabilized cycle. For point 2, the local ratchetting effect can be observed again : slip increases at each cycle, and reaches a stabilized value after approximately 5000s. For points 3 and 4, plastic slip still increases at every cycle, even after 80 loading cycles. The differences of slip evolution between these points can be explained by the fact that viscous stresses do not affect the material at points 3 and 4 yet, because they are located further from the crack-tip.

It is interesting now to check if similar results under creep-fatigue loadings can be observed for pure fatigue or pure creep loadings.

#### 5.4.2 Comparison with pure fatigue and pure creep loadings

Pure fatigue loading ( $R=0.1$ ,  $f=0.5$  Hz,  $K_{max} = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ ) and creep loading ( $K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ ) were applied to the same mesh to compare slip systems activity. 100 fatigue cycles were calculated and creep is computed during 7500s (i.e. longer than 80 creep-fatigue cycles).

The results of pure fatigue simulations are presented on figures 5.9 and 5.10.

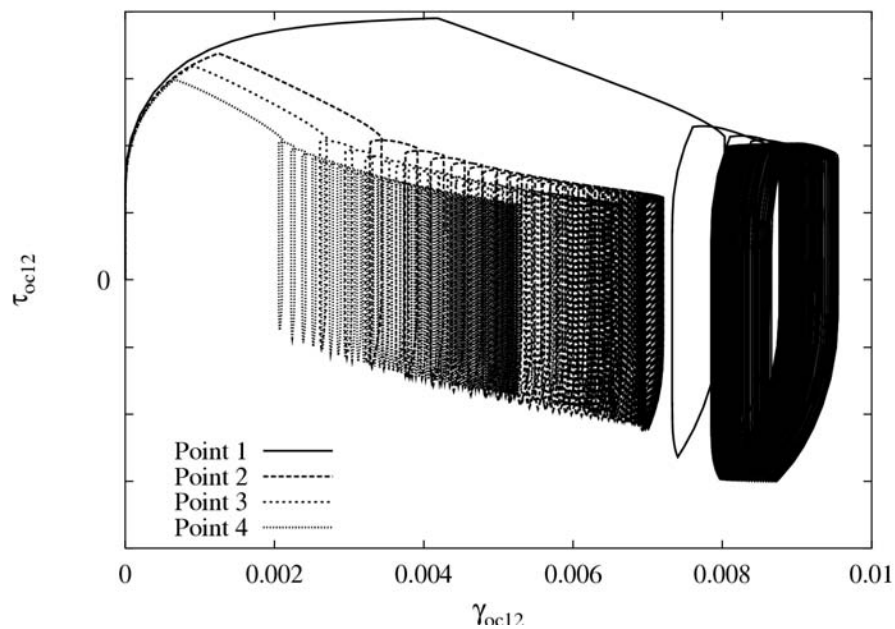


Figure 5.7: Resolved shear stress as a function of slip on system 12, after more than 80 cycles.

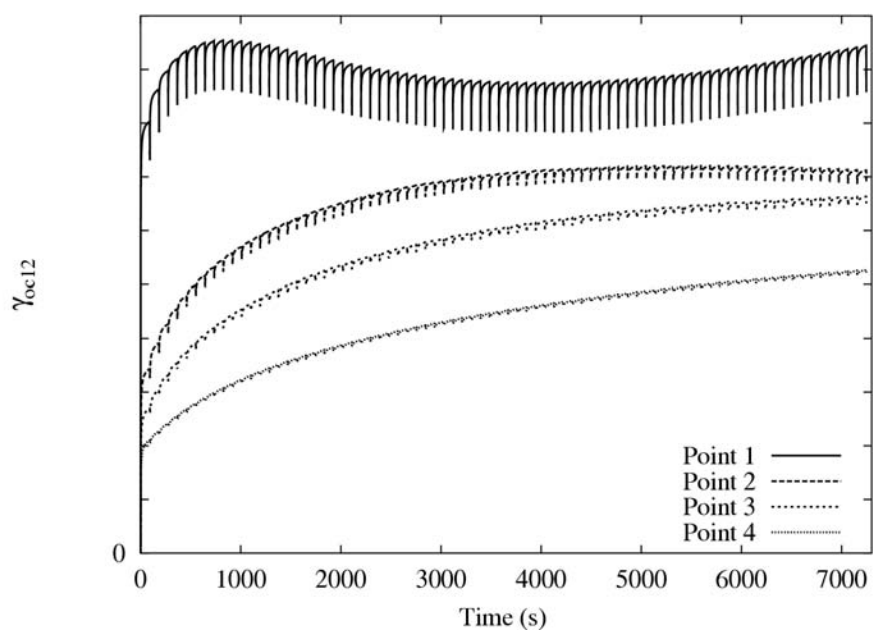


Figure 5.8: Amount of slip on system 12 as a function of time at four points on the front band.



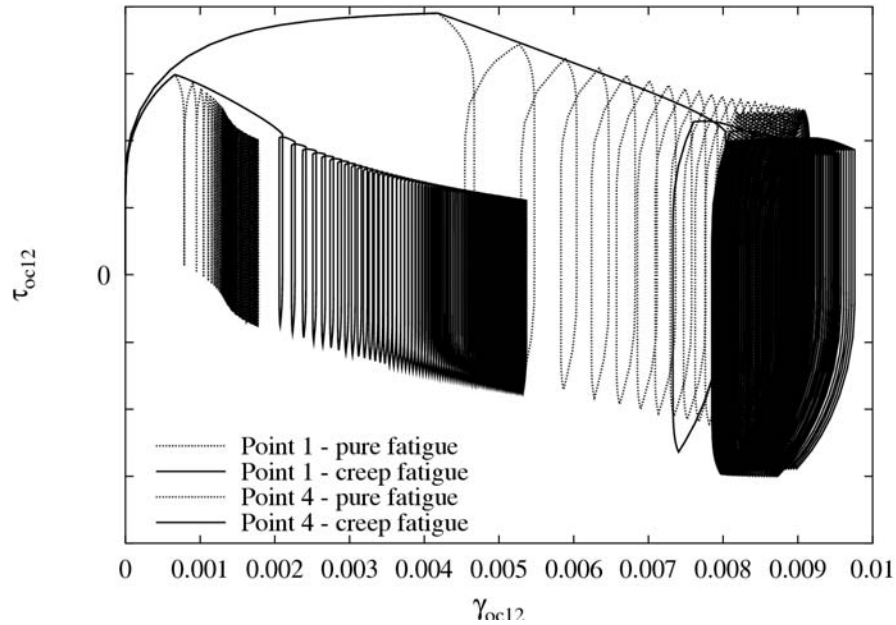


Figure 5.9: Comparison between pure fatigue and creep-fatigue loadings. Resolved shear stress as a function of slip on system 12, at points 1 and 4, after 1840s.

Figure 5.9 shows the significant differences between both loading conditions. Actually, not only the amounts of slip differ, but also the amount of stress relaxation. At point 1, stress reaches a stabilized value (figure 5.9) for both loadings. The value is much lower in the case of creep-fatigue because of the presence of dwell times, especially thanks to the first dwell time, which causes a large stress relaxation.

On figure 5.10, we can see that the variation of slip as a function of time during each cycle is very different for pure fatigue and creep-fatigue : there is less slip during each fatigue cycle than during each creep-fatigue cycle. Like for creep-fatigue, the curve related to point 1 is different from the other curves. At point 1, slip increases during the first cycles (local ratchetting effect), reaches a maximum, and then decreases. This is not the case for slip at points 2-4 for pure fatigue loading. The maximum of slip is slightly lower for pure fatigue than for creep-fatigue ( $\gamma_{oc12} = 0.0092$  for pure fatigue and  $\gamma_{oc12} = 0.0094$  for creep-fatigue), but it is not reached at the same time, or after the same number of cycles.

The results of simulations for pure creep loading are presented in figure 5.11. The resolved shear stress on system 12 decreases for each point, and reaches the same value for all points (end of each curve on figure 5.11). Slip at points 1-4 stabilizes very fast, at values that depend on the distance from the crack-tip (e.g.  $\gamma_{oc12} \simeq 0.008$  for point 1 and  $\gamma_{oc12} \simeq 0.002$  for point 4). The analysis of slip as a function of time on system 12 shows that the amount of slip at points 1 and 4 is much larger in the case of creep-fatigue than in the case of pure creep. Even the minimum value of maximal slip reached at  $t=4000s$  for point 1 (figure 5.8) is larger than the saturated value of slip due to creep (0.009 vs. 0.008).

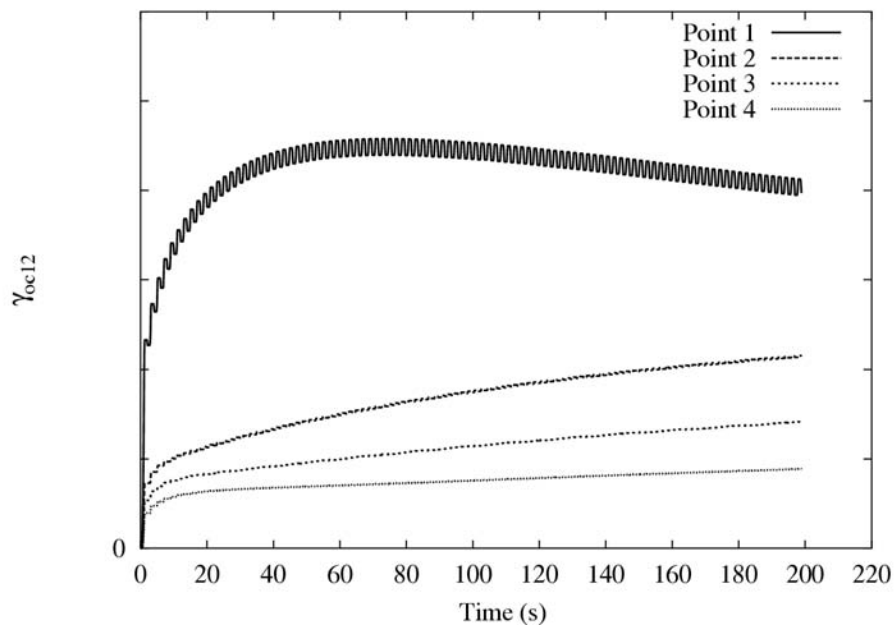


Figure 5.10: Slip on system 12 as a function of time, for pure fatigue loading (100 cycles).

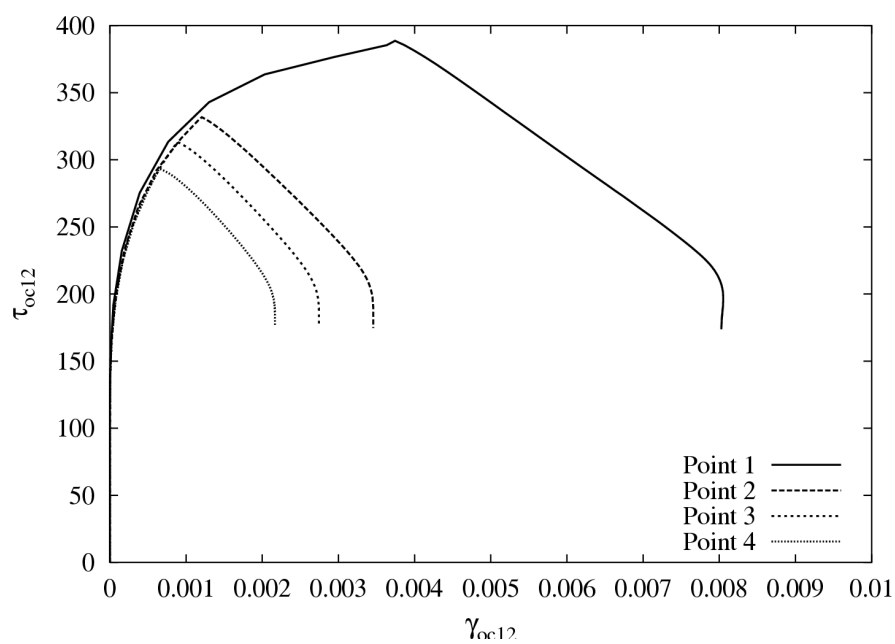


Figure 5.11: Resolved shear stress as a function of slip on system 12 for pure creep loading.

## 5.5 Conclusions of chapter 5

This work focused on crack-tip stress and strain fields in a single crystal nickel-base superalloy. First, these fields were studied for a static crack subjected to creep-fatigue loading. They were then compared with stress-strain fields obtained for pure fatigue and pure creep loading conditions. We have shown that the stress-strain state at the tip of a static crack is very complex when considering viscoplastic material behaviour and complex loading conditions. Actually, the crack-tip stress-strain fields depend on the distance to the crack-tip.

We have shown that for viscoplastic single crystal behaviour :

- Deformation takes place in specific sectors.
- Local ratchetting effects appear on octahedral slip systems in front of the crack-tip.
- These ratchetting effects tend to stabilize, depending on the distance from the crack-tip.
- Creep-fatigue enables more stress relaxation than pure fatigue or pure creep on octahedral system  $(11\bar{1})[101]$  in front of the crack-tip.

However, the validation of these results has to be done experimentally. For example, the experimental observation of the activation of viscoplastic sectors shall be done at high temperature. The main difficulty is the surface oxidation of the specimen, which necessitates carrying out the test under vacuum. Moreover, the fact that the crack remains static in our calculations has also to be checked for a real crack.

Therefore, the influence of precracking on crack tip fields has been investigated. This computation was carried out for AM1 at  $650^\circ\text{C}$ , using a node-release technique with decreasing  $\Delta K$ . The results of this simulation are shown in appendix C.

## 5.6 Acknowledgements

The support of the European Commission in the framework of SOCRAX research project (G5RD-CT-2002-00819) is gratefully acknowledged by the authors.



## Chapitre 6

# Modélisation de la propagation de fissure

### Sommaire

---

|            |   |            |
|------------|---|------------|
| <b>6.1</b> | <b>Approches locales de la rupture en fatigue . . . . .</b>   | <b>168</b> |
| 6.1.1      | Propagation par accumulation d'endommagement à la pointe de la fissure  | 169        |
| 6.1.2      | Propagation par écoulement plastique à la pointe de la fissure . . . . .  | 169        |
| <b>6.2</b> | <b>Estimation de la vitesse de propagation de fissure par post-traitement de calculs par éléments finis . . . . .</b> | <b>171</b> |
| 6.2.1      | Origines du modèle . . . . .  | 171        |
| 6.2.2      | Programmation du modèle et mise en œuvre . . . . .  | 173        |
| 6.2.3      | Identification des paramètres . . . . .   | 175        |
| 6.2.4      | Validation du modèle . . . . .  | 180        |
| 6.2.5      | Conclusions sur le modèle de post-traitement . . . . .  | 181        |
| <b>6.3</b> | <b>Modélisation par la mécanique de l'endommagement continu . . . . .</b>   | <b>185</b> |
| 6.3.1      | Présentation du modèle . . . . .  | 185        |
| 6.3.2      | Implantation du modèle et mise en œuvre . . . . .   | 188        |
| 6.3.3      | Exemple simple : rupture d'un élément de volume . . . . .   | 189        |
| 6.3.4      | Simulations 2D de propagation de fissure . . . . .  | 193        |
| <b>6.4</b> | <b>Discussion et perspectives . . . . .</b>   | <b>212</b> |
| 6.4.1      | Modèle de post-traitement . . . . .   | 212        |
| 6.4.2      | Modèle d'endommagement continu . . . . .  | 214        |
| <b>6.5</b> | <b>Conclusions du chapitre 6 . . . . .</b>  | <b>216</b> |

---

Dans ce chapitre, on précise tout d'abord ce qu'est l'approche locale de la rupture, choisie pour cette étude. On se concentre notamment sur le phénomène de la propagation de fissure en fatigue, en rappelant différents modèles proposés pour modéliser la propagation d'une fissure grâce à l'approche locale. Puis on expose les deux modèles développés durant la thèse, en explicitant les raisons qui nous ont conduit à explorer deux voies complémentaires. Enfin, une dernière section est dévolue à la confrontation de ces modèles avec les phénomènes physiques mis en avant dans les autres chapitres du manuscrit. On tâche de préciser quelles sont les questions qui subsistent avant que de tels modèles puissent être utilisés comme outils industriels pour le dimensionnement des aubes de turbine monocristallines.

## 6.1 Approches locales de la rupture en fatigue

La mécanique de la rupture a connu un très grand succès dans la deuxième moitié du vingtième siècle, et a permis d'importants progrès dans le dimensionnement des structures. Néanmoins, certains chercheurs, comme McClintock dès 1963, se sont quelque peu éloignés de ce courant dominant pour s'intéresser à la possibilité de prévoir l'avancée d'une fissure grâce à l'observation des phénomènes qui se produisent à proximité de sa pointe. C'est ce concept assez général que l'on nomme "approche locale de la rupture". Plus concrètement, il s'agit d'associer un calcul précis des contraintes et déformations à la pointe de fissure et un critère d'endommagement faisant appel aux variables calculées.

Bien que McClintock ait utilisé ce concept dans le cadre de la propagation d'une fissure de fatigue, c'est principalement dans le domaine des travaux sur la rupture monotone des métaux que l'approche locale de la rupture s'est développée. Il fallut attendre les années 1980 (Beremin, 1983; Tvergaard et Needleman, 1984) pour que cette approche connaisse un réel essor. En effet, l'approche dite "globale" (mécanique de la rupture linéaire ou non linéaire) est suffisante pour traiter les problèmes de fiabilité des structures. De plus, les lois de comportement étaient trop sommaires pour permettre le développement d'une méthodologie telle que l'approche locale. De même, il n'existait pas de moyens de calcul suffisamment performants pour accéder aux valeurs des contraintes et des déformations à proximité de la pointe de fissure avec une loi de comportement complexe. Le développement de la méthode des éléments finis et l'apparition d'un besoin de description plus fine de la rupture des structures ont permis à l'approche locale de la rupture de se développer. Cette méthode permet en effet d'obtenir de meilleurs résultats que la mécanique de la rupture dans les cas complexes tels que les sollicitations anisothermes, la plasticité généralisée, les modes de sollicitation mixtes, etc. Si le calcul des champs mécaniques à proximité de la pointe de la fissure est précis et valable pour des conditions de sollicitations variées et si le modèle d'endommagement décrit bien les mécanismes de rupture, le modèle offre une bonne capacité prédictive. Ce sont ces deux impératifs difficiles à honorer, associés à des besoins industriels croissants, qui expliquent la persistance d'une recherche très active dans ce domaine, et plus particulièrement en France (Besson *et al.*, 2004).

L'approche locale s'est moins développée dans le domaine de la propagation de fissure en fatigue pour plusieurs raisons. Tout d'abord, la mécanique de la rupture offre dans de nombreux cas pratiques une réponse correcte aux besoins des industriels (approches en  $\Delta K$ , ou en  $J$  cyclique). Par ailleurs, certains phénomènes rendent l'utilisation de l'approche locale plus délicate que dans le cas des sollicitations monotones. Ainsi, les lois de comportement sont souvent plus complexes puisqu'elles doivent traduire certains phénomènes liés au changement de signe de la sollicitation (introduction de l'écrouissage cinématique). De même, la possibilité d'une refermeture de fissure doit aussi être prise en compte. Enfin, les mécanismes précis de propagation de fissure sont souvent moins bien compris que dans le cas monotone. Néanmoins, l'optimisation du dimensionnement des structures nécessite maintenant d'être capable de prédire la propagation de fissure dans les cas complexes tels que la plasticité généralisée, les sollicitations anisothermes, la plasticité dépendant du temps, les géométries complexes, etc. Les développements de ces 20 dernières années dans le domaine des lois de comportement et du calcul par éléments finis permettent d'envisager une utilisation fructueuse de l'approche locale de la rupture dans ces cas complexes de propagation de fissure par fatigue. On peut distinguer deux "voies" principales dans ce domaine de l'approche locale de la rupture en fatigue, d'où l'emploi au pluriel de l'expression "approche locale" dans le titre de cette section.

### 6.1.1 Propagation par accumulation d'endommagement à la pointe de la fissure

Cette approche est due à McClintock (McClintock, 1963). Elle peut être réellement qualifiée d'approche locale, car elle associe un calcul des contraintes et déformations à la pointe de la fissure à un critère d'endommagement. En effet, McClintock propose de définir une zone élémentaire à la pointe de la fissure (une "process zone", cf. figure 6.1). Cette zone est d'une taille suffisante pour englober un volume de matière représentatif des phénomènes d'endommagement qui pilotent la propagation de fissure. On définit alors un critère d'endommagement exploitant les valeurs moyennes des contraintes et déformations dans la process zone. On peut alors calculer un nombre de cycles élémentaires pour casser cette "boîte". D'après McClintock et les auteurs qui ont repris ce concept (par exemple, (Chalant et Rémy, 1983; Rezaï-Aria et Rémy, 1989)), la taille de la process zone doit être reliée à une longueur interne caractéristique de la microstructure du matériau.

Il convient de noter que ce concept général permet de traiter la propagation de fissure dans des matériaux très variés, pour lesquels les mécanismes peuvent différer fondamentalement : amorçage puis coalescence de microfissures, mécanismes ductiles de croissance-coalescence de cavités, etc.

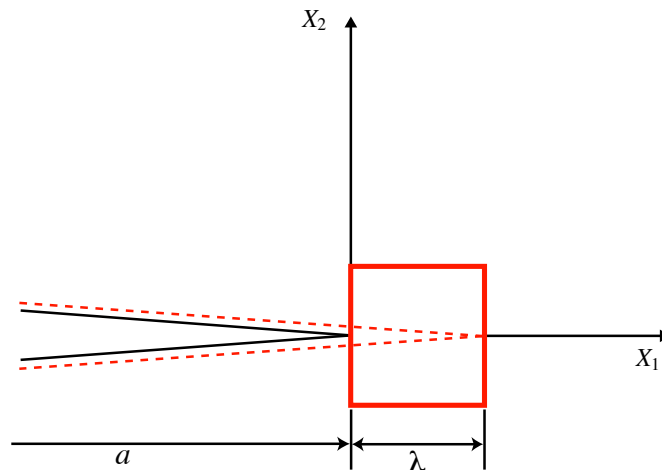


Figure 6.1: Illustration de la process zone dans laquelle on applique un modèle d'endommagement. Lorsqu'elle est cassée, la fissure grandit de  $\lambda$ .

### 6.1.2 Propagation par émoussement plastique à la pointe de la fissure

D'autres auteurs ont envisagé une approche différente pour traiter la propagation de fissure en fatigue. Dans le cas des matériaux ductiles, ils ont postulé que seuls des mécanismes de déformation irréversible (plastique) engendrent l'avancée de fissure. C'est l'émoussement de la pointe de la fissure ("crack tip blunting" en anglais) qui crée l'avancée de fissure à chaque cycle, ce qui peut être rapproché des observations de stries de propagation faites initialement

par Forsyth (Forsyth, 1962) et modélisées par Laird (Laird et Smith, 1962; Laird, 1967). Il ne s'agit pas rigoureusement de ce que l'on a défini comme l'approche locale, puisqu'il n'y a pas de critère d'endommagement. Néanmoins, nous l'incluons dans cette catégorie car dans ce cas la propagation de fissure est modélisée grâce à la prise en compte de la déformation au voisinage de la fissure. La mécanique de la rupture appliquée à la propagation de fissure en fatigue définit, elle, des variables macroscopiques comme  $K$  ou  $J$  qui ne décrivent la fissure que comme une perturbation des champs mécaniques à l'échelle de la structure.

Des travaux numériques ont montré la faisabilité d'une telle approche, en considérant de grandes déformations. On peut citer les calculs de Gu et Ritchie (Gu et Ritchie, 1999), Tvergaard (Tvergaard et Hutchinson, 2002; Tvergaard, 2004; Tvergaard, 2005) et Levkovitch (Levkovitch *et al.*, 2005; Levkovitch, 2005) notamment. Les progrès réalisés ont accompagné le développement des moyens de calcul. A la fin des années 1970 McMeeking (McMeeking, 1977) a commencé à s'intéresser à cette approche, mais il a dû se contenter de simuler une sollicitation monotone. Gu (Gu et Ritchie, 1999) et Tvergaard (Tvergaard et Hutchinson, 2002) ont ensuite pu simuler respectivement 2 et 3 cycles de fatigue. C'est grâce à l'utilisation de procédures de remaillage que le nombre de cycles simulé a pu augmenter, jusqu'à atteindre 700 cycles selon un article récent (Tvergaard, 2006). Cependant, dans la plupart de ces travaux le comportement du matériau est supposé élastique-parfaitement plastique. Seul Levkovitch (Levkovitch *et al.*, 2005; Levkovitch, 2005) s'est intéressé à ces calculs en considérant la plasticité cristalline, avec un modèle cristallographique tel que celui présenté dans le chapitre 2. Ses simulations permettent de retrouver des résultats expérimentaux de Neumann (Neumann, 1974a) : pour une orientation de fissure  $\succ(001)[110]$ , il y a formation d'une strie de fatigue, alors que cette strie n'apparaît pas pour l'orientation  $\succ(001)[100]$ .

Le CTOD ("Crack Tip Opening Displacement") est un paramètre qui a été employé par de nombreux auteurs pour écrire des modèles de propagation de fissure en fatigue. Il s'agit d'un paramètre qui donne une mesure directe de l'ouverture de la pointe de fissure. Les premiers développements de cette approche ont eu lieu dans les années 1970 (Neumann, 1974b; Neumann *et al.*, 1977). Neumann a montré par des considérations géométriques validées par des observations microscopiques sur des monocristaux monophasés de cuivre (Neumann, 1974b) que l'on a dans le régime de Paris une relation de proportionnalité entre le CTOD local et l'avancée de fissure par cycle :

$$\frac{da}{dN} = k \delta \quad (6.1)$$

où  $\delta$  est le CTOD et  $k$  est un facteur de proportionnalité.

Marx et Vehoff (Marx et Vehoff, 2004) se sont intéressés plus tard à la validité de cette relation dans le cas de la propagation de fissure courtes (50 à 150  $\mu\text{m}$ ) dans du CMSX-4. Ils ont montré qu'à 550°C, la propagation des fissures courtes dans ce matériau peut être décrite par le concept de  $\Delta K$  de la mécanique linéaire élastique de la rupture (la loi de Paris est vérifiée). Mais ils ont pu montrer que la relation 6.1 n'était pas vérifiée sur le CMSX-4. En effet, si l'on se trouve dans des conditions de plasticité confinée à la pointe de la fissure, pour lesquelles les hypothèses de la mécanique linéaire de la rupture sont validées, le CTOD ne dépend pas de la distance à la pointe de la fissure, mais seulement du facteur d'intensité des contraintes, selon la relation :

$$\delta = \frac{K^2}{E\sigma_y} \quad (6.2)$$

Or dans le cas présent, le CTOD  $\delta$  dépend à la fois de la distance à la pointe de fissure et de la longueur de fissure pour un  $K$  donné. Ils ont alors montré qu'il est possible de décomposer



le CTOD en une partie élastique  $\delta_e$  et une partie plastique  $\delta_{pl}$  qui traduit l'émoussement plastique de la pointe de fissure. La partie plastique n'est pas mesurable directement mais peut être déduite des mesures expérimentales. On obtient alors la relation 6.3. Il s'agit d'une relation locale permettant de décrire la vitesse de propagation de fissure.

$$\frac{da}{dN} = k \delta_{pl} \quad (6.3)$$

D'autres auteurs se sont intéressés au CTOD pour décrire la propagation de fissure, notamment par la décomposition du CTOD en une partie élastique et une partie plastique. Parmi les développements les plus récents on peut citer ceux de Pommier (Pommier, 2003; Pommier et Risbet, 2005). Son approche consiste à décrire l'avancée de fissure (dans des matériaux isotropes) par le biais de l'étude de l'évolution de la partie plastique du CTOD (l'émoussement). Le modèle s'inscrit dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles et repose sur deux équations principales : la première fait le lien entre l'évolution du facteur d'intensité des contraintes et le taux d'émoussement plastique  $d\rho/dt$ , et la seconde relie ce taux d'émoussement plastique  $d\rho/dt$  à la vitesse d'avancée de fissure  $da/dt$ , suivant une loi de proportionnalité telle que la relation 6.3, validée par de nombreux auteurs dans le cas élastoplastique pour des matériaux polycristallins isotropes. L'originalité de l'approche réside dans l'établissement de la première relation. Il s'agit en fait d'établir une loi de comportement pour la structure fissurée, avec une variable cinématique (Pommier, 2003). L'identification des paramètres de la relation liant  $dK/dt$  et  $d\rho/dt$  se fait uniquement grâce à des simulations par éléments finis de la structure fissurée. La formulation incrémentale permet de prendre en compte des chargements complexes, comportant par exemple des surcharges. Les effets connus de ces surcharges sont qualitativement bien représentés par ce type de modèle (Pommier et Risbet, 2005). L'adaptation à des comportements matériau dépendant du temps et de la température est possible.

## 6.2 Estimation de la vitesse de propagation de fissure par post-traitement de calculs par éléments finis

### 6.2.1 Origines du modèle

Le problème des modèles de mécanique de l'endommagement est qu'ils nécessitent souvent des temps de calcul très importants. Or, un des besoins industriels est de pouvoir effectuer des calculs rapides. Ceci est notamment indispensable lorsqu'une inspection révèle la présence d'une fissure dans une structure, car il faut pouvoir dire très rapidement si le moteur peut voler à nouveau ou pas. C'est pourquoi les industriels ont développé des outils numériques qui permettent l'insertion d'une fissure 3D dans le maillage par éléments finis d'une pièce quelconque (par exemple (Dhondt, 1998) ou ce que l'on appelle parfois les "boîtes à fissure"). Il est alors possible d'effectuer un calcul sur la structure fissurée. On obtient alors les champs de contraintes et de déformations à proximité de la pointe de la fissure, et il est généralement possible de calculer le facteur d'intensité des contraintes ou l'intégrale  $J$ . Cette tâche peut s'avérer difficile si la géométrie de la pièce et de la fissure sont complexes. Il existe des méthodes numériques qui permettent d'y parvenir (Parks, 1974; DeLorenzi, 1985), mais elles ne sont parfois pas applicables aux fronts de fissure tridimensionnels ou à la fatigue. Il existe des méthodes semi-analytiques qui peuvent donner de bons résultats, y compris pour les matériaux anisotropes et les sollicitations en mode mixte (Dhondt, 2002). Il est alors possible de se référer à des bases de données expérimentales pour estimer la vitesse de fissuration. Cependant cela reste approximatif car les essais sont effectués dans des conditions standardisées et

ne permettent par exemple pas de savoir quelle sera la propagation d'une fissure dotée d'un front de géométrie complexe.

De plus, les fissures se propagent souvent dans des conditions complexes : zone plastique étendue, plasticité dépendant du temps, chargement incluant des temps de maintien. Les paramètres globaux de la mécanique de la rupture ne s'appliquent généralement pas de manière satisfaisante dans ces conditions.

Nous avons donc cherché à écrire un modèle qui donne une estimation de la vitesse de la fissure par exploitation directe des champs de contraintes et de déformations engendrés par la fissure. On peut comme cela bénéficier des progrès faits dans l'insertion de fissures dans les maillages, sans passer par l'étape de calcul d'un paramètre macroscopique.

### 6.2.1.1 Objectif

L'objectif est d'obtenir une estimation correcte et robuste de la vitesse qu'aurait la fissure si elle avançait, en traitant les résultats d'un calcul par éléments finis d'une fissure statique soumise à un chargement cyclique isotherme donné. Pour cela, on choisit une équation de dommage qui permette de traduire les valeurs des champs mécaniques en avancée virtuelle de fissure. Afin de garantir la meilleure prédictibilité possible, elle doit :

- avoir une formulation incrémentale afin d'être compatible avec des conditions de chargement complexes : cycles avec temps de maintien, voire chargements non périodiques et surcharges ;
- contenir la notion de "process zone" définie par McClintock (McClintock, 1963) ;
- prendre en compte la cristallographie caractéristique du monocristal.

Cette équation reçoit en entrée les valeurs de cission et glissement sur les différents systèmes de glissement, calculées grâce à la loi de comportement cristallographique (chapitre 2). Elle génère une longueur de fissure virtuelle en fonction du temps, qui sert à estimer la vitesse qu'aurait la fissure si elle se propageait.

### 6.2.1.2 Proposition d'équation de dommage

Nous avons choisi d'utiliser l'équation de dommage suivante, qui traduit l'évolution de la longueur de fissure en fonction du temps :

$$\frac{da}{\lambda} = r \left[ \sum_{s=1}^{12} \left( \frac{|\tau^s|}{\tau_{oct}} \right)^\alpha |d\gamma^s| \right] \quad (6.4)$$

$\tau^s$  et  $\gamma^s$  sont respectivement la cission résolue et le glissement sur le système octaédrique  $s$ , issus du calcul par éléments finis.  $\lambda$  est la taille de la process zone.  $\tau_{oct}$  est un paramètre qui est généralement compris entre la limite d'élasticité et la contrainte maximale. Ici, on prend la valeur maximale de la cission à saturation de l'écrouissage cinématique (on rappelle qu'il n'y a pas d'écrouissage isotrope à 950°C) :  $\tau_{oct} = r_{0_{oct}} + C_{oct}/D_{oct}$ . Ce qui donne pour le PWA1483 à 950°C :  $\tau_{oct} = 408$  MPa.

On a donc deux paramètres à identifier dans l'équation 6.4 :  $r$  et  $\alpha$ . L'intégration de cette équation s'effectue à partir de  $t_0 = 0$ , pour lequel  $a = a_0$ , et sur toute la durée du chargement. Le calcul de la vitesse s'effectue lorsque la process zone est "cassée", c'est-à-dire lorsque  $a$  atteint  $a_f = a_0 + \lambda$ .

On remarque que la formulation que nous avons adoptée est similaire à une loi d'endommagement pour laquelle on aurait choisi  $D = (a - a_0)/\lambda$ .

L'équation 6.4 ne considère que les douze systèmes octaédriques, alors que le modèle de comportement considère en plus les six systèmes de glissement cubique. On a en effet constaté après identification que considérer les 18 systèmes de glissement n'améliorait pas la modélisation. Néanmoins, les 18 systèmes sont pris en compte dans le calcul par éléments finis. Il est donc possible de modifier l'équation de propagation de fissure pour prendre en compte les systèmes cubiques sans avoir à refaire les calculs par éléments finis.

On peut noter que cette formulation est proche de celle adoptée pour la classe des modèles phénoménologiques de mécanique de l'endommagement de Lemaitre (Lemaitre et Chaboche, 1985; Lemaitre et Chaboche, 1990; Lemaitre, 1992; Lemaitre *et al.*, 1999) :  $\dot{D} = \left(\frac{Y}{S}\right)^s \dot{p}$ , où  $Y$  est homogène à une contrainte (c'est le taux de restitution d'énergie élastique),  $p$  est la déformation plastique cumulée, et  $S$  et  $s$  sont deux paramètres ajustables.

Ce type d'équation a par ailleurs été proposé comme modèle de durée de vie pour le monocristal par Levkovitch *et al.* (Levkovitch *et al.*, 2003; Levkovitch, 2005), sous une forme un peu différente :

$$\dot{D} = \sum_{s=1}^{12} \left( \frac{|\tau^s|}{S_{oct}} \right)^{m_{oct}} \left( \frac{|\dot{\gamma}^s|}{\dot{\gamma}_{0_{oct}}} \right)^{n_{oct}} \dot{\gamma}_{0_{oct}} + \sum_{s=1}^6 \left( \frac{|\tau^s|}{S_{cub}} \right)^{m_{cub}} \left( \frac{|\dot{\gamma}^s|}{\dot{\gamma}_{0_{cub}}} \right)^{n_{cub}} \dot{\gamma}_{0_{cub}} \quad (6.5)$$

Ce modèle considère la cission réduite et la vitesse de glissement sur tous les systèmes. Pour chaque famille de systèmes, trois paramètres doivent être identifiés :  $S$ ,  $m$  et  $n$  ( $\dot{\gamma}_{0_{oct}}$  et  $\dot{\gamma}_{0_{cub}}$  sont seulement des paramètres de normalisation). Ce modèle dérive d'un modèle proposé par Yeh et Krempl (Yeh et Krempl, 1993) pour calculer la durée de vie de matériaux isotropes sous sollicitations multiaxiales éventuellement non périodiques. Contrairement à l'équation 6.4, la formulation de Levkovitch *et al.* n'est pas homogène en temps si  $n$  est différent de 1. D'après l'auteur, ceci permet de tenir compte explicitement d'une dépendance de la durée de vie vis-à-vis de la vitesse de sollicitation. Dans notre cas, cette éventuelle dépendance est prise en compte uniquement de manière indirecte par le biais de la formulation viscoplastique de la loi de comportement ( $\tau^s$  dépend de  $\dot{\gamma}^s$ ).

## 6.2.2 Programmation du modèle et mise en œuvre

On explique ici l'articulation du modèle avec le code de calcul par éléments finis Z-Set, et la procédure adoptée pour obtenir les calculs de vitesse de propagation de fissure exposés par la suite.

### 6.2.2.1 Implantation dans le code Z-Set

Ce modèle est implanté dans le code Z-Set en C++. Il a été adapté d'un modèle de durée de vie pour le monocristal testé par Flouriot pendant sa thèse (Flouriot, 2004). Le principe de fonctionnement est illustré sur la figure 6.2. Le modèle est constitué de deux post-traitements imbriqués. Le premier sert à recalculer les cissions résolues sur les systèmes de glissement, ce qui évite de stocker toutes ces valeurs. La seule connaissance des composantes du tenseur des contraintes macroscopique et de l'orientation des systèmes de glissement permet de recalculer très rapidement les cissions sur les 12 systèmes octaédriques. Le post-traitement principal met en jeu la relation 6.4, et permet l'intégration de la longueur de fissure sur tout le trajet de chargement. On obtient alors la longueur de fissure en fonction du temps à chaque point d'intégration sur lequel a été appliqué le post-traitement. Ceci nous permet, après quelques étapes supplémentaires (non représentées sur la figure 6.2), de calculer la vitesse de propagation de fissure pour le chargement qui avait été appliqué dans le calcul par élément finis

initial.

La méthode d'intégration temporelle utilisée jusqu'à présent est une méthode explicite de type Runge-Kutta. La vitesse de calcul est moindre que celle que l'on obtiendrait grâce à une méthode semi-implicite ( $\theta$ -méthode par exemple). Mais ceci n'a pas une grande importance puisque le temps de calcul du post-traitement est négligeable par rapport à la durée du calcul par éléments finis initial, qui est effectué en utilisant une méthode d'intégration temporelle semi-implicite ( $\theta = 0.5$ ).

D'un point de vue pratique, le fichier contenant le modèle en C++ est compilé, ce qui permet de générer une librairie dynamique (fichier ".so"), vers laquelle il suffit de pointer avant de lancer le post-traitement.

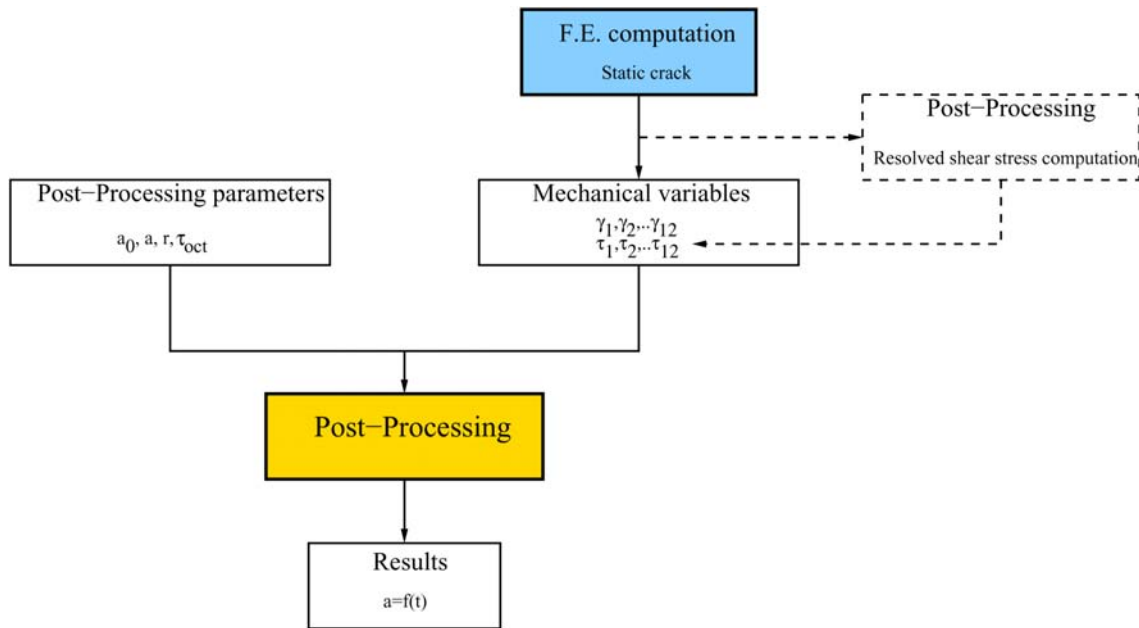


Figure 6.2: Schéma de principe du modèle de post-traitement.

### 6.2.2.2 Mise en œuvre

L'idée est la suivante : on cherche à calculer une vitesse de propagation de fissure à partir d'un calcul précis des champs de contraintes et déformations à la pointe de la fissure. On reportera alors la vitesse obtenue pour chaque calcul par éléments finis en fonction du niveau de chargement pour lequel le calcul par éléments finis a été effectué. Il faut donc réaliser plusieurs calculs par éléments finis pour obtenir plusieurs points dans le graphique  $da/dt - \Delta K$ . La mise en œuvre du modèle nécessite quatre étapes principales :

1. Réalisation des calculs par éléments finis, sur un demi maillage d'éprouvette CT16. La fissure a une longueur fixée à 16 mm ( $a/w = 0,5$ ).
2. Application du post-traitement sur la zone à la pointe de la fissure, pour chaque calcul, afin de localiser l'élément le plus endommagé.
3. Extraction dans un fichier texte de la valeur de la longueur de fissure virtuelle en fonction du temps pour l'élément le plus endommagé. La valeur de  $a$  est une valeur moyenne calculée sur les quatre points d'intégration de l'élément considéré.

4. Extrapolation de l'évolution de longueur de fissure en fonction du temps <sup>1</sup>. La vitesse de fissure  $da/dt$  est alors prise égale à  $\lambda/\Delta t$ , où  $\Delta t$  est le temps mis pour atteindre  $a_f$ . Il s'agit donc d'une vitesse "sécante".

Les maillages utilisés sont identiques à ceux représentés dans le chapitre 5 (figure 5.4). A la pointe de la fissure, ils sont constitués d'éléments carrés à interpolation quadratique et intégration réduite, ce qui est une pratique usuelle dans les calculs de fissure, en approche locale de la rupture par exemple (Besson *et al.*, 2004). La taille d'élément à la pointe de fissure est de 5  $\mu\text{m}$  ou de 10  $\mu\text{m}$ , ce qui permet un bon calcul des champs de contraintes et de déformations.

Tous les calculs par éléments finis réalisés ici sont effectués en déformations planes. Une condition aux limites spéciale, dite "positive displacement" est appliquée sur les noeuds de la fissure afin de prendre en compte une éventuelle fermeture de fissure, possible avec le petit rapport de charge employé ( $R = 0,1$ ).

La fissure n'avance en aucun cas dans le maillage. Il n'y a donc pas de prise en compte de la redistribution des contraintes causée par l'avancée de fissure. Néanmoins cela n'occasionne pas d'erreur importante puisque l'incrément de longueur de fissure  $\lambda$  est négligeable par rapport à la longueur initiale de la fissure (quelques  $\mu\text{m}$  contre plusieurs mm puisque nous sommes en présence de fissures longues).

Dans tous les calculs que nous montrons ici, on a choisi la taille de process zone  $\lambda$  égale à la taille d'élément à la pointe de la fissure. Ce choix ne correspond pas à l'hypothèse faite par McClintock (McClintock, 1963) qui veut que la taille de la process zone soit une constante liée à la microstructure du matériau. Néanmoins, nous avons choisi de faire cela pour limiter le nombre de combinaisons possibles {taille de boîte ; taille d'élément}. En effet, cela risquait d'entraîner une confusion entre l'effet de la taille d'élément et l'effet de la taille de process zone. Il est néanmoins possible de découpler la taille de boîte et la taille d'élément sans problème pour de futurs développements. Nous y reviendrons dans la section discussion de ce chapitre.

Tous les calculs par éléments finis sont réalisés en considérant le comportement à 950°C du PWA1483, identifié dans le cadre du projet SOCRAX (chapitre 2). Les essais auxquels nous comparons nos résultats sont des essais à 0,1 Hz,  $R = 0,1$ . Pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  il s'agit de l'essai n°104H3A, et pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$  c'est l'essai 127H2B (cf. tableau de la figure 3.12, page 88).

### 6.2.3 Identification des paramètres

Quatre calculs par éléments finis sont effectués, avec quatre  $\Delta K$  différents : 17, 20, 25 et 30  $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ . La longueur de fissure est toujours la même ( $a_0 = 16 \text{ mm}$ ), ce qui permet d'utiliser le même maillage pour les quatre calculs. La différence réside dans l'amplitude de charge  $\Delta P$  que l'on calcule grâce à la formule de Strawley (équation 3.10) pour obtenir les  $\Delta K$  voulus. Cette procédure diffère de l'expérience, dans laquelle la charge est constante et  $a/w$  varie. Néanmoins, ce choix est valable au premier ordre, c'est-à-dire si on néglige le rôle du terme non singulier  $T$ , qui dépend de  $a/w$  (chapitre 3). Il faudrait effectuer des simulations par éléments finis aux  $\Delta K$  considérés ici, avec différentes longueurs de fissure, pour voir si ce terme a une répercussion sur les champs de contraintes et de déformations à la pointe de fissure,

---

<sup>1</sup>dans le cas où trop peu de cycles ont été simulés par la méthode des éléments finis pour que l'on atteigne une longueur de fissure finale  $a_f$  supérieure ou égale à  $a_0 + \lambda$

dans le cas de sollicitations cycliques et pour la plage de longueurs de fissure considérée. Ces quatre calculs sont réalisés dans un premier temps pour l'orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ . Le post-traitement donne une vitesse de fissuration pour chaque niveau de chargement. On cherche alors les valeurs de  $r$  et  $\alpha$  permettant d'obtenir les vitesses les plus proches de l'expérience.

### 6.2.3.1 Maillage de 5 $\mu\text{m}$

On effectue d'abord un calcul avec une taille d'élément de 5  $\mu\text{m}$  à la pointe de fissure. L'étape n°2 de la procédure révèle que l'élément à la pointe de la fissure est bien le plus endommagé (figure 6.3). C'est pour cette raison que l'on applique le post-traitement à cet élément. L'évolution de la valeur moyenne (sur les quatre points de Gauss) de la longueur de fissure est représentée en fonction du temps sur la figure 6.4. On constate que la longueur de fissure croît de manière importante au premier cycle, puis l'augmentation de longueur de fissure tend à se stabiliser. On a alors, à un niveau de facteur d'intensité des contraintes donné, une évolution linéaire de la longueur de fissure avec le temps. C'est la raison pour laquelle on peut effectuer une extrapolation de la longueur de fissure, ce qui permet de diminuer les temps de calcul. En effet, comme la fissure doit progresser d'une longueur  $\lambda$  pour pouvoir calculer sa vitesse, il est logique qu'à un faible niveau de chargement il faille calculer de nombreux cycles par éléments finis pour obtenir cet incrément de longueur de fissure. On constate d'ailleurs que pour  $\Delta K = 17 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  trop peu de cycles ont été calculés par éléments finis et l'on n'atteint pas  $a = a_0 + \lambda$ . Dans ce cas, l'extrapolation est nécessaire pour calculer correctement la vitesse de propagation de fissure.

Le fait que l'évolution de la longueur de fissure avec le temps soit linéaire s'explique par la formulation de notre modèle. En effet, nous avons choisi une formulation non couplée. On ne tient pas compte du fait que la vitesse de propagation de fissure augmente avec la longueur de fissure. Ce choix a été fait en raison de la faible taille de la process zone (quelques microns) par rapport à la longueur totale de la fissure.

On remarque aussi que la pente ne dépend pas linéairement de  $\Delta K$ . C'est conforme aux observations expérimentales qui montrent que dans le régime de propagation stable (dit "de Paris"), on a une loi puissance entre ces deux grandeurs.

Après plusieurs essais, on parvient à trouver un jeu de paramètres qui donne des vitesses de propagation de fissure réalistes par rapport à l'essai. Une tentative d'automatisation de la recherche du meilleur jeu de paramètres a été effectuée. Ceci est tout à fait réalisable avec l'optimiseur Z-Optim présenté au chapitre 2. Néanmoins, dans le cas présent, les variations imposées par l'optimiseur aux paramètres du modèle peuvent entraîner des variations très importantes de la vitesse de propagation estimée, ce qui rend difficile la convergence vers un jeu de paramètres optimal. C'est pourquoi cette recherche a été effectuée "manuellement".

Les valeurs trouvées sont  $r = 5$  et  $\alpha = 1,5$ . Les résultats sont représentés graphiquement sur la figure 6.5. On constate que les points sont alignés dans le repère  $\log(da/dN) - \log(\Delta K)$ . Les vitesses estimées avec le modèle sont proches des valeurs expérimentales, notamment de celles obtenues pour l'essai à 20 Hz. Ceci s'explique par le fait que le modèle n'inclut pas de modélisation des effets de l'oxydation. Ces effets sont réduits à 20 Hz dans l'air, mais ils interviennent dans les résultats obtenus à 0,1 Hz, notamment à faible charge.

### 6.2.3.2 Maillage de 10 $\mu\text{m}$

Nous avons déjà indiqué que la taille d'élément et la taille de process zone sont deux paramètres importants. Nous avons voulu quantifier cela en conservant notre choix de prendre la taille de process zone égale à la taille d'élément à la pointe de la fissure. Nous avons donc

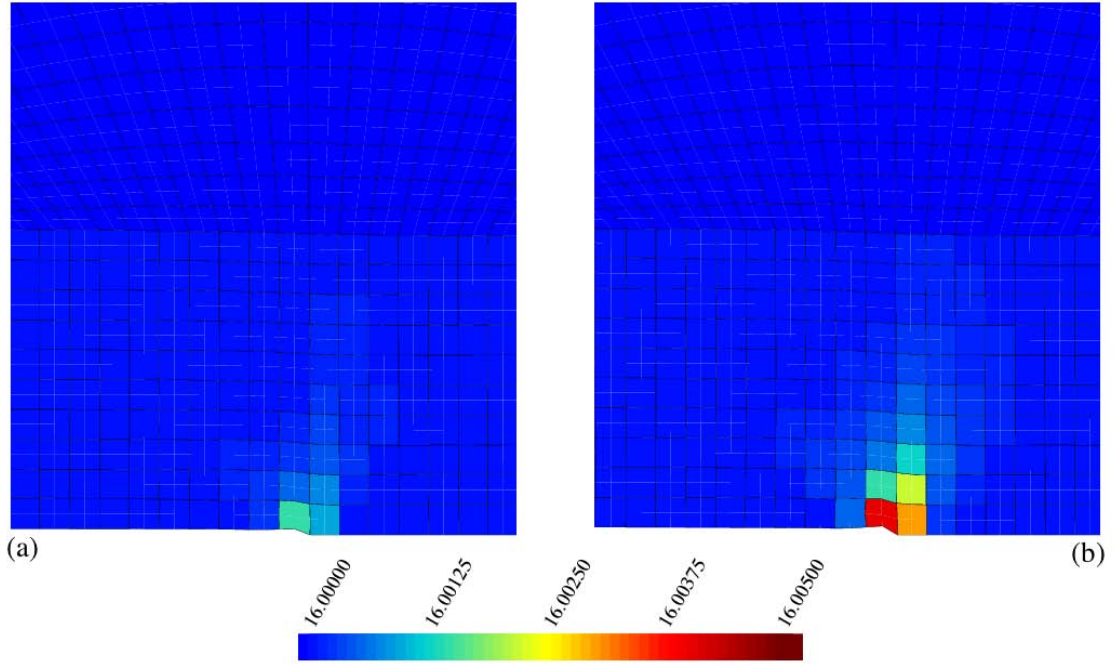


Figure 6.3: Isovaleurs de longueur de fissure (en mm) calculée avec le post-traitement. Résultat pour un calcul par éléments finis à  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  sur l'orientation  $\gamma(001)[100]$ . (a) Après 2 cycles. (b) Après 9 cycles. Valeur des paramètres :  $r = 5$  et  $\alpha = 1, 5$ .

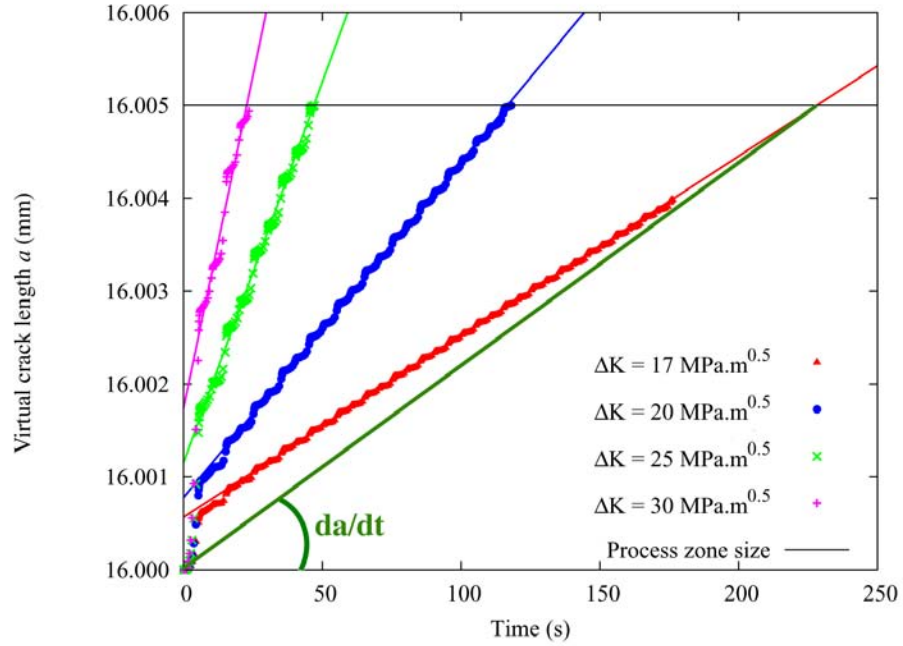


Figure 6.4: Evolution de la longueur de fissure en fonction du temps pour l'orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ . Calcul avec  $\lambda = 5 \text{ } \mu\text{m}$ . Valeur des paramètres :  $r = 5$  et  $\alpha = 1, 5$ .

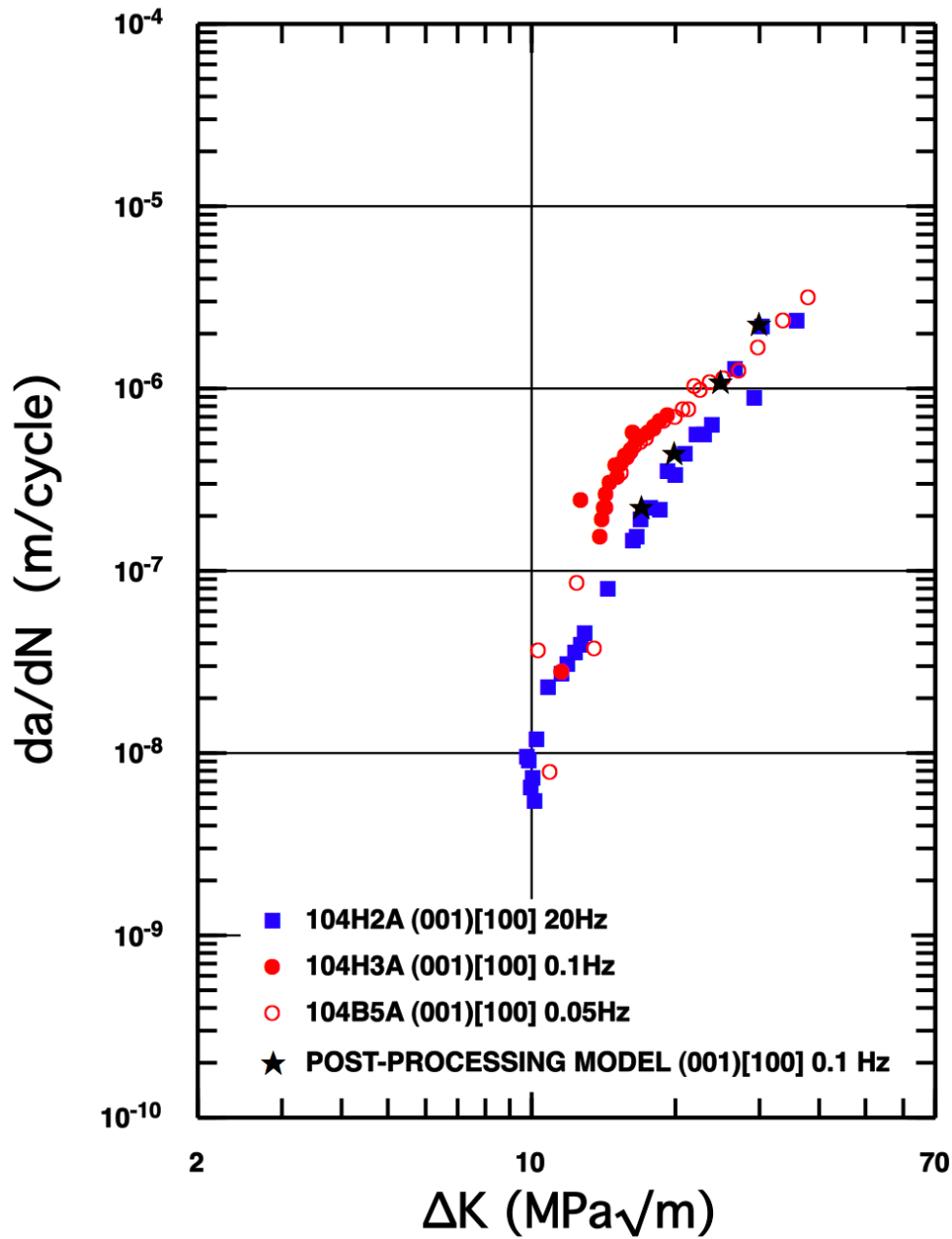


Figure 6.5: Calcul de calibration des paramètres  $r$  et  $\alpha$ , pour  $\lambda = 5 \mu\text{m}$  (maillage  $5 \mu\text{m}$ ). Valeur des paramètres :  $r = 5$  et  $\alpha = 1,5$ .



choisi d'effectuer les mêmes calculs que ceux exposés précédemment (orientation  $\gamma(001)[100]$ , 0,1 Hz, quatre  $\Delta K$  différents), mais avec une taille d'élément de  $10 \mu\text{m}$  à la pointe de la fissure. Le calcul des champs devrait donc être moins précis. Les paramètres  $r$  et  $\alpha$  sont inchangés, et la taille de boîte est  $\lambda = 10 \mu\text{m}$ . On obtient alors les vitesses représentées sur la figure 6.6 par des croix. On constate que les vitesses sont largement inférieures aux valeurs expérimentales, bien qu'on ait tenu compte de la différence de taille de process zone dans le post-traitement. On voit donc qu'il y a un effet de dépendance à la taille d'élément. Des éléments plus grands que ceux utilisés initialement offrent une description moins précise du champ de contraintes et de déformation, comme l'a montré Flouriot (Flouriot, 2004). Les cisssions résolues et glissements sont plus petits que ceux qu'on a calculés grâce au maillage de  $5 \mu\text{m}$ , d'où des vitesses estimées plus faibles.

Comme on peut le voir sur la figure 6.6 (étoiles), on prenant  $r = 8$  au lieu de  $r = 5$ , on parvient à corriger les vitesses. On obtient alors une estimation très proche de celle exposée à la figure 6.5. Les valeurs des paramètres vont donc dépendre de la taille d'élément, même si l'on adapte dans le post-traitement la taille de process zone à la taille d'élément. C'est un résultat classique qu'il est difficile d'éviter. Nous donnerons des pistes pour y parvenir dans la section discussion.

## 6.2.4 Validation du modèle

Ayant trouvé un jeu de paramètres qui permet de décrire correctement les vitesses de propagation de fissure, on cherche maintenant à vérifier si ce jeu permet d'obtenir des vitesses correctes pour une autre orientation cristallographique de la fissure et pour une autre forme de cycle.

### 6.2.4.1 Changement d'orientation cristallographique

Les paramètres ayant été identifiés pour l'orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ , on effectue un calcul identique sur l'orientation  $\gamma(001)[110]$ . Les conditions sont les suivantes : fréquence 0,1 Hz, rapport de charge  $R = 0,1$ , maillage identique avec des éléments de  $5 \mu\text{m}$  à la pointe de fissure, mêmes facteurs d'intensité des contraintes. L'essai de référence est l'essai 127H2B, réalisé à  $950^\circ\text{C}$ .

En raison de l'anisotropie du matériau, le changement d'orientation va induire un champ de contraintes et de déformations différent. C'est la seule chose qui diffère par rapport au calcul sur l'orientation  $\gamma(001)[100]$  ayant servi à identifier les paramètres. Le post-traitement traite ces données et en déduit logiquement des vitesses de propagation de fissure différentes de celles obtenues pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$ . L'évolution de la longueur de fissure avec le temps est représentée à la figure 6.7. Elle est assez semblable à celle obtenue pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$ , notamment par l'évolution linéaire de la longueur avec le temps après le premier cycle. Lorsqu'on déduit des courbes de la figure 6.7 la vitesse de propagation de fissure pour chaque  $\Delta K$ , on observe un excellent accord entre les vitesses estimées par le modèle et celles mesurées lorsque les effets de l'oxydation sont réduits (essai à 20 Hz). Pour  $\Delta K > 25 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ , les vitesses de fissuration et les pentes de l'essai à 20 Hz, de celui à 0,1 Hz et du modèle tendent à devenir très proches.

Comme on peut le voir sur la figure 6.9, le modèle prédit une vitesse de fissuration plus importante pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  que pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$ . Ce résultat a été trouvé par plusieurs auteurs, comme Anton (Anton, 1984), Defresne (Defresne et Rémy, 1990) ou Reed (Reed et Sinclair, 2000). Dans le cas de nos essais sur le PWA1483, nous avons montré au chapitre 3 que ce phénomène existe à faible fréquence dans l'air (figure 3.14, page 91) (pour

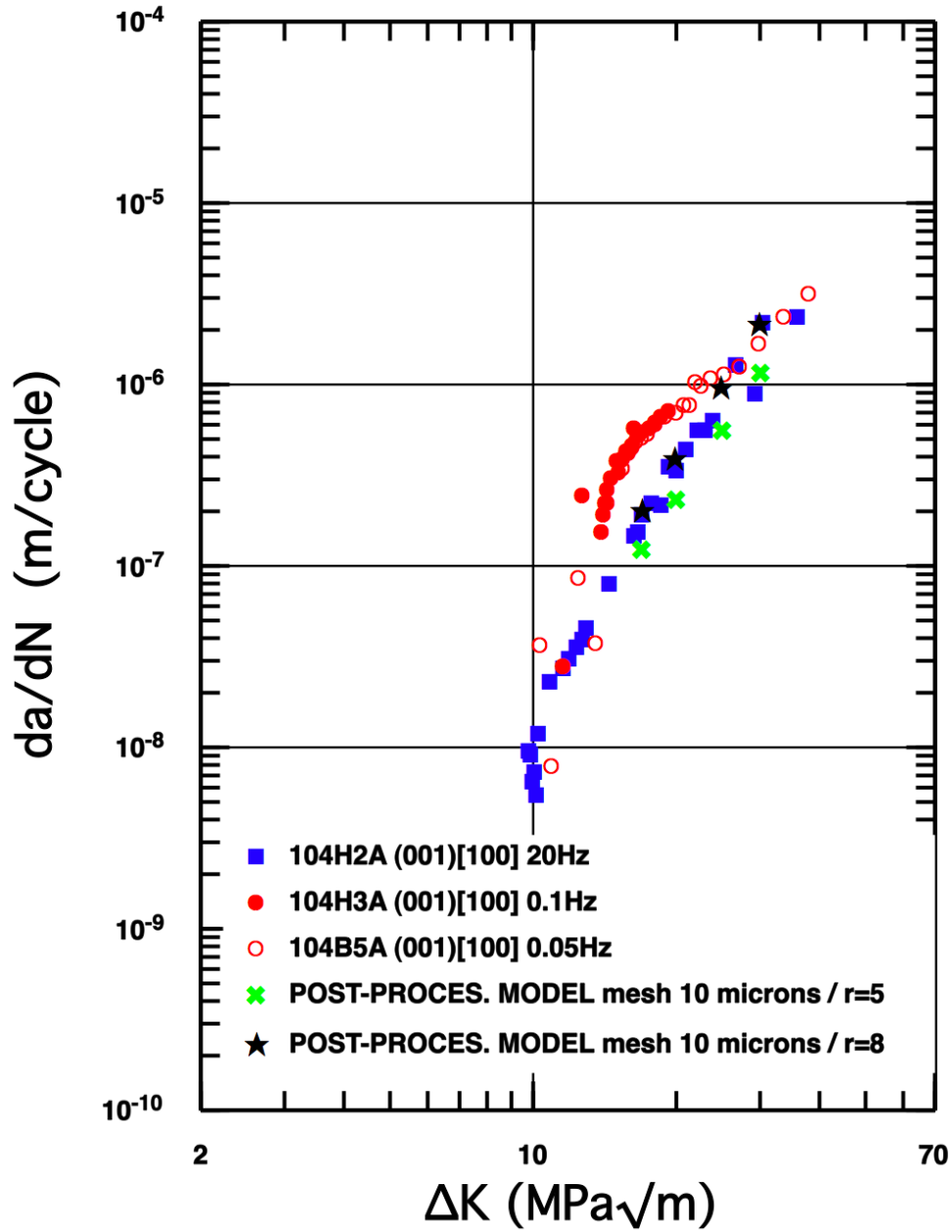


Figure 6.6: Vitesses de fissuration obtenues pour un calcul avec un maillage de  $10\ \mu\text{m}$  à la pointe de fissure. Les valeurs des paramètres sont celles qui ont été identifiées avec le maillage de  $5\ \mu\text{m}$  :  $r = 5$  et  $\alpha = 1, 5$ . On a pris  $\lambda = 10\ \mu\text{m}$ .

$\Delta K < 25 - 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ). A haute fréquence, on n'observe pas clairement ce phénomène (les vitesses de fissuration pour  $\gamma(001)[100]$  sont tout de même légèrement supérieures à celles mesurées pour  $\gamma(001)[110]$ ). On peut donc dire que ce phénomène est bien décrit d'un point de vue qualitatif par le modèle. Cependant, le modèle n'est pas formulé pour décrire les effets de l'oxydation et il prévoit tout de même une différence de vitesse importante entre l'orientation  $\gamma(001)[100]$  et l'orientation  $\gamma(001)[110]$ . Ce n'est pas quantitativement conforme à l'essai à 20 Hz. Il conviendrait donc d'améliorer le modèle pour diminuer l'écart de vitesse en l'absence d'oxydation.

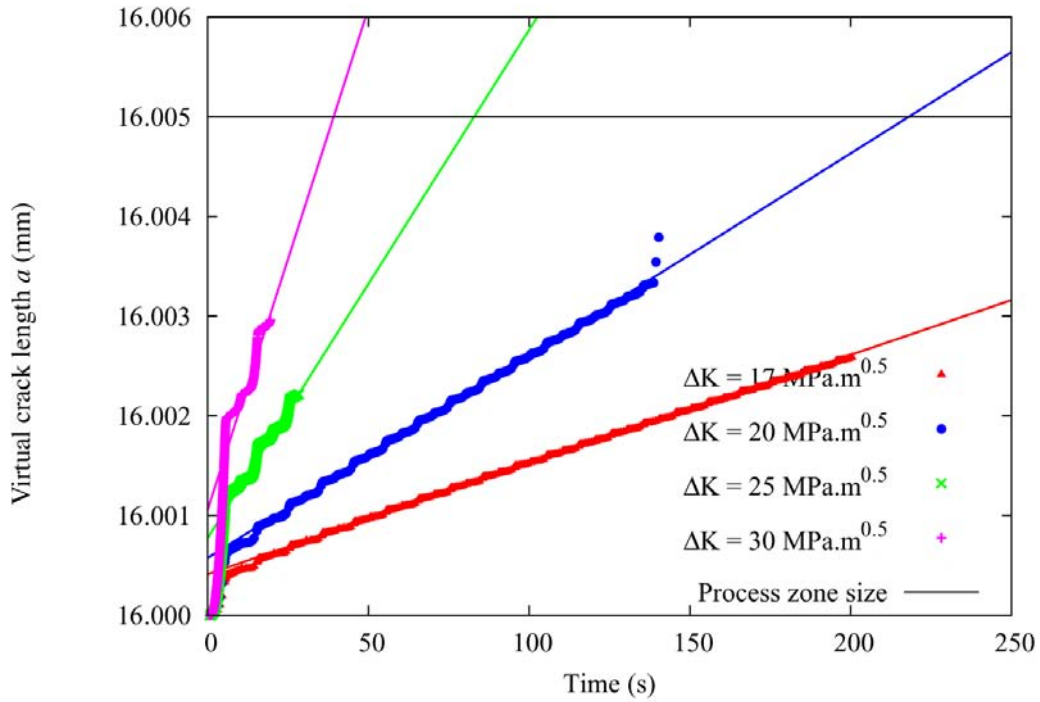


Figure 6.7: Evolution de la longueur de fissure en fonction du temps, pour une orientation de fissure  $\gamma(001)[110]$ . Valeur des paramètres :  $r = 5$  et  $\alpha = 1,5$ . Calcul avec  $\lambda = 5 \mu\text{m}$ .

#### 6.2.4.2 Chargement de fatigue-fluage

Nous avons voulu tester l'influence d'un changement de la forme de cycle sur la vitesse de propagation estimée par le modèle. Nous avons fait un calcul avec un chargement incluant un temps de maintien de 90 secondes à charge maximale pour une orientation de fissure  $\gamma(001)[100]$ . En effet, c'est la seule orientation de fissure pour laquelle nous avons des résultats expérimentaux de propagation de fissure en fatigue-fluage. L'essai de référence est l'essai 104H4A. En raison de la durée très importante des calculs, nous n'avons effectué que deux calculs à  $\Delta K = 20$  et  $30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ . Les résultats sont donnés sur la figure 6.10. A  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , la vitesse calculée est de  $8,4 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$ , contre environ  $13,3 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$  pour la vitesse mesurée. La vitesse estimée est donc 37 % inférieure à la référence, ce qui est tout à fait acceptable dans le domaine de la propagation de fissure par fatigue(-fluage). Par contre, à  $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , la vitesse calculée est 2,2 fois supérieure à la vitesse mesurée. Ce phénomène peut s'expliquer par les hypothèses que nous avons faites. Nous y revenons dans la partie discussion.

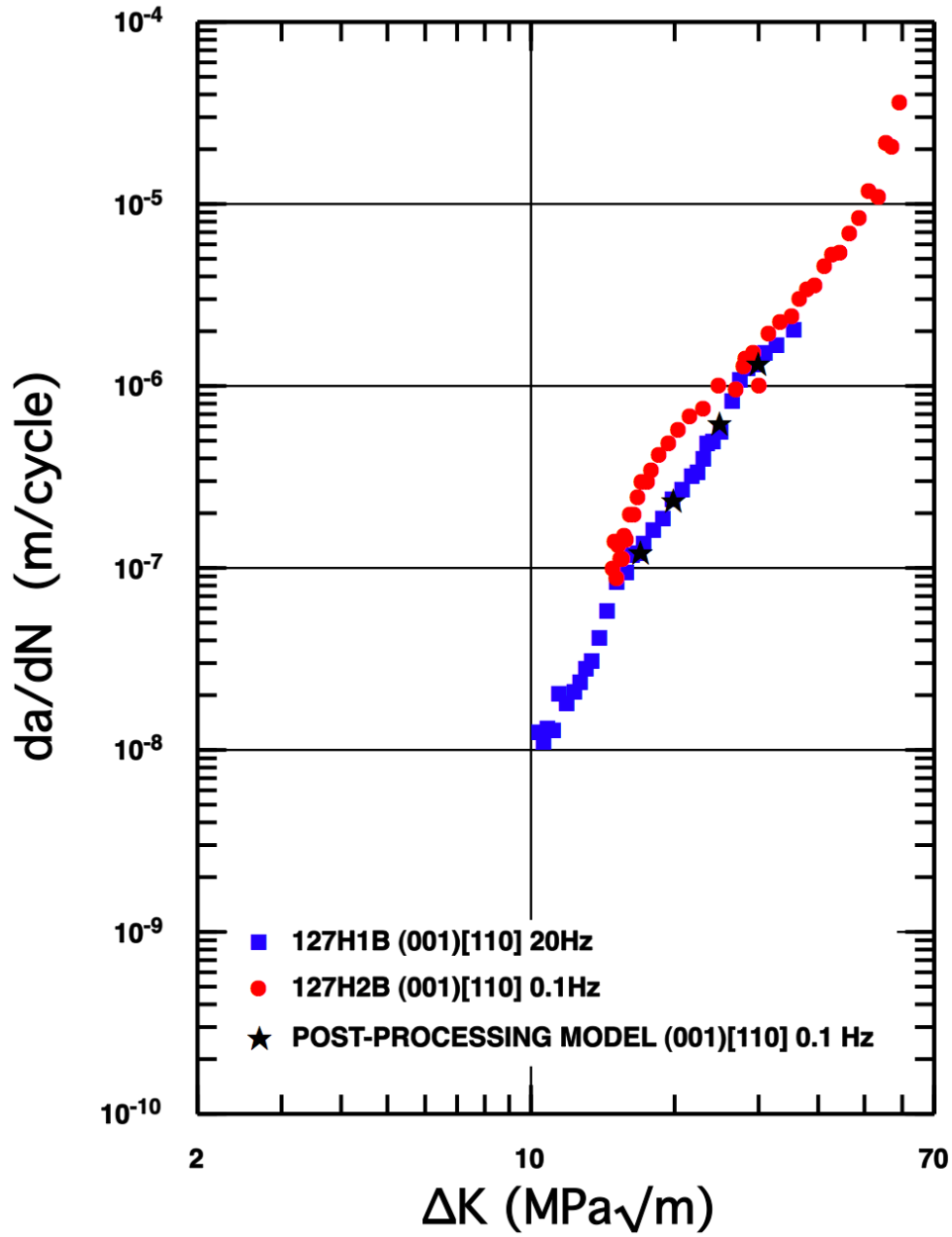


Figure 6.8: Validation des résultats de prévision du modèle pour l'orientation de fissure  $\gamma$  (001)[110]. Les valeurs des paramètres sont inchangées :  $r = 5$  et  $\alpha = 1, 5$ . Calcul avec  $\lambda = 5 \mu m$  (maillage  $5 \mu m$ ).

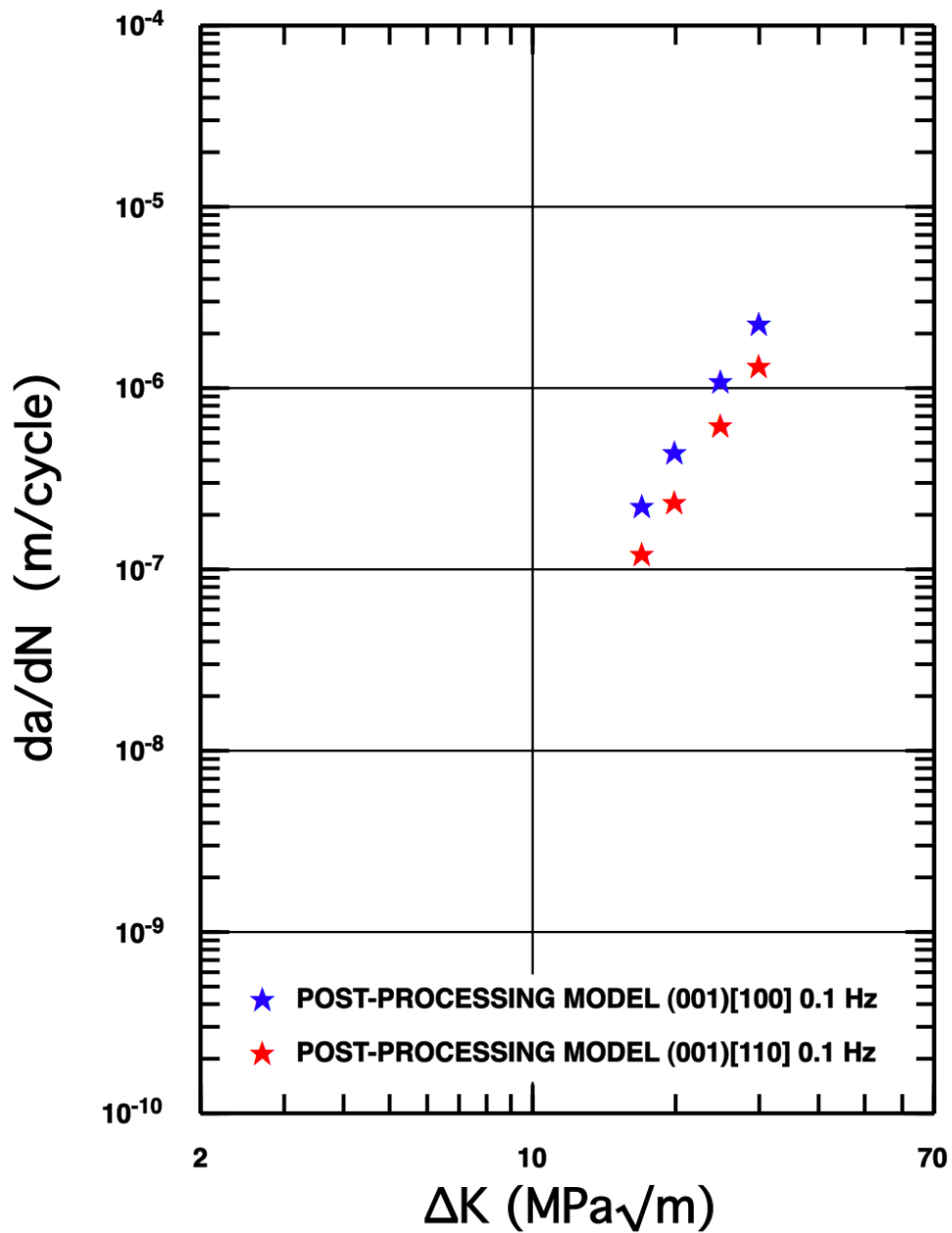


Figure 6.9: Comparaison des vitesses de propagation obtenues avec le modèle de post-traitement, pour  $r = 5$  et  $\alpha = 1, 5$ . Calcul avec  $\lambda = 5 \mu m$  (maillage  $5 \mu m$ ).

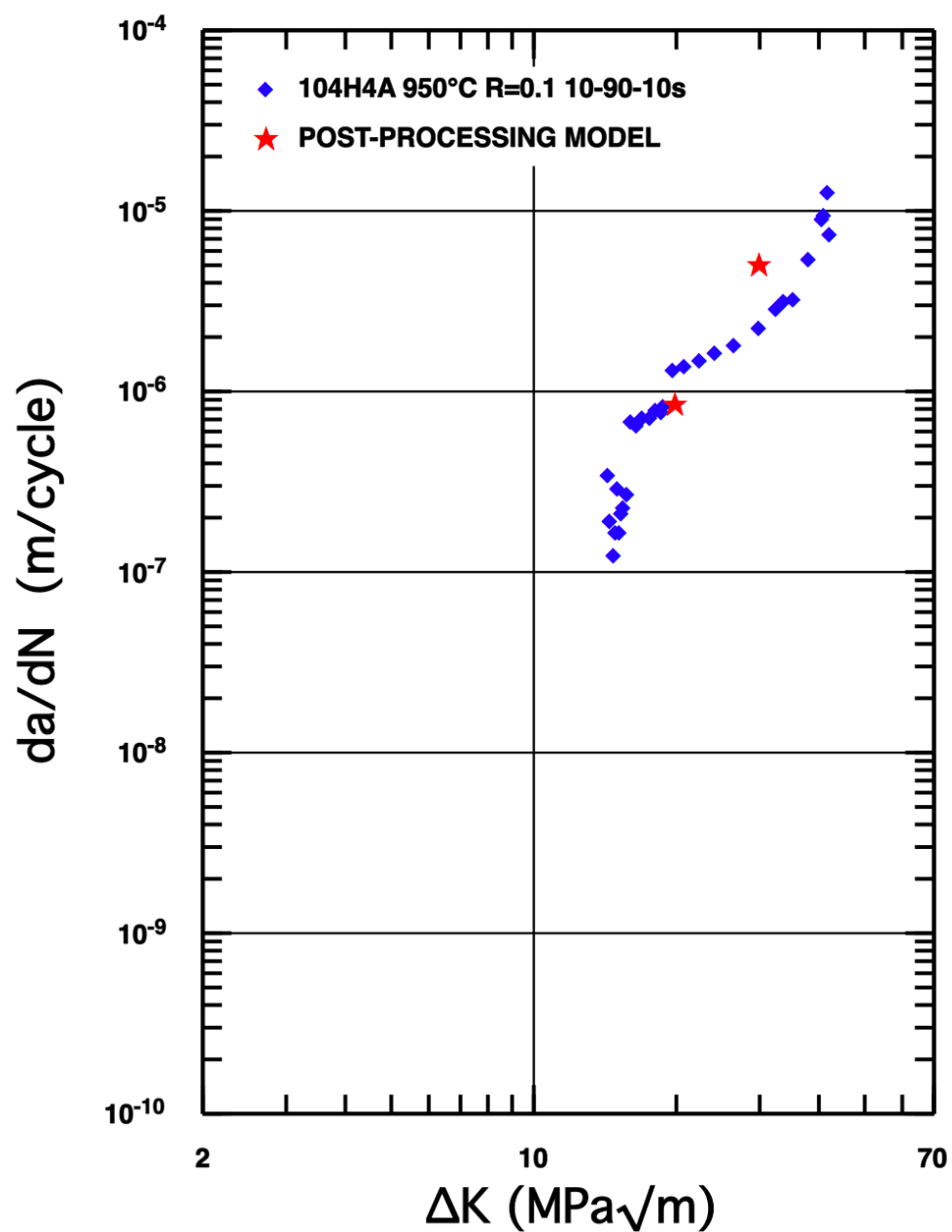


Figure 6.10: Simulation du modèle pour un chargement de fatigue-fluage, avec  $r = 5$  et  $\alpha = 1,5$ . Calcul avec  $\lambda = 5 \mu\text{m}$  (maillage  $5 \mu\text{m}$ ).

### 6.2.5 Conclusions sur le modèle de post-traitement

Nous avons montré qu'il est possible d'obtenir une estimation correcte de la vitesse qu'aurait une fissure si elle se propageait dans une éprouvette, pour des conditions assez variées : deux orientations de fissure, chargements de fatigue et de fatigue-fluage. Les résultats exposés sont d'autant plus satisfaisants que l'équation d'endommagement choisie est particulièrement simple. Il serait d'ailleurs intéressant de modifier cette équation pour tenir de phénomènes tels que l'oxydation. On fait des propositions dans la section discussion.

## 6.3 Modélisation par la mécanique de l'endommagement continu

### 6.3.1 Présentation du modèle

#### 6.3.1.1 Origines du modèle

Aux basses températures (en-dessous de  $700^{\circ}\text{C}$ ), on observe que les monocristaux de superalliage sont sujets à une localisation de la déformation. Ceci se caractérise parfois en propagation de fissure par des bifurcations ou des branchements de la fissure, comme on peut le constater sur la figure 6.11<sup>2</sup>. Ce type d'instabilité peut s'avérer extrêmement préjudiciable à la durée de vie des composants étudiés, et doit être modélisé. Les modèles non couplés comme le post-traitement proposé dans la première partie de ce chapitre ne permettent a priori pas de décrire le chemin complet de la fissure. Une bifurcation de la fissure par rapport à son plan initial peut éventuellement être prédite avec ce type de modèle grâce à une prise en compte astucieuse de l'activité des systèmes de glissement à la pointe de la fissure. Néanmoins, il n'est pas possible de dire quel sera le chemin de la fissure par la suite : va-t-elle se redresser ? bifurquer dans une autre direction ?

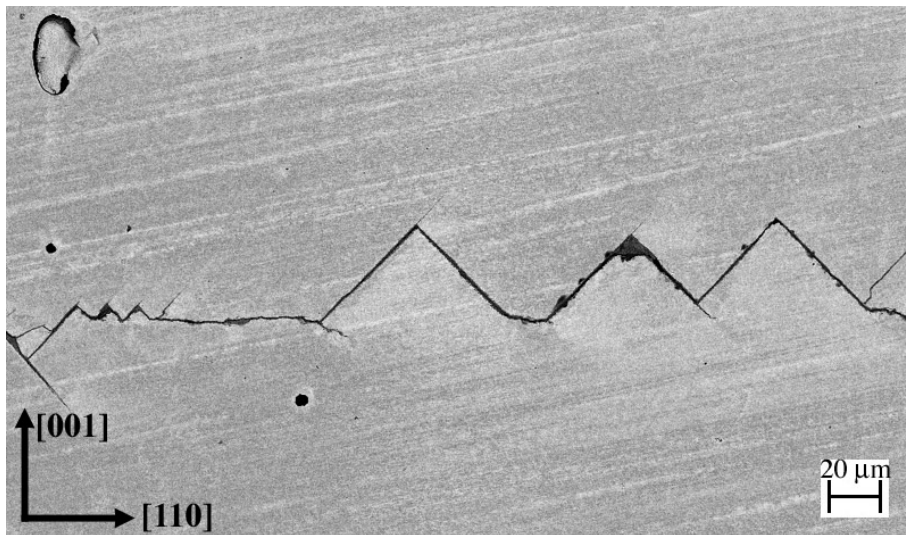


Figure 6.11: Bifurcations de fissure observées dans une éprouvette de CMSX-4 fissurée à  $650^{\circ}\text{C}$ . Orientation de fissure  $\sim (001)[110]$ .

Nous avons donc développé un modèle capable de décrire un chemin de fissure non nécessairement rectiligne. Nous avons opté pour un modèle d'endommagement continu analogue à ceux développés par Lemaitre et Chaboche (Lemaitre et Chaboche, 1985; Lemaitre, 1992) entre autres. L'objectif était d'associer ce type de modèle au problème de la propagation explicite d'une fissure en fatigue dans une structure. En effet, les modèles de mécanique de l'endommagement continu sont rarement utilisés pour ce type de problématique, mais plus pour des prévisions de durée de vie d'un élément de volume. D'autres approches auraient été possibles, mais toutes ne permettaient pas d'atteindre l'objectif de décrire un chemin non rectiligne. Par exemple, une approche par zones cohésives comme celle étudiée par l'ONERA dans le cadre

<sup>2</sup>Notons que de telles bifurcations peuvent se produire à haute température, comme on peut le voir sur la figure 3.22 du chapitre 3. Généralement les bifurcations sont moins nettes à haute température.



de SOCRAX (Bouvard *et al.*, 2005; Bouvard *et al.*, 2006) est bien appropriée pour décrire une propagation rectiligne, mais il n'est pas possible de mailler une large zone de l'éprouvette pour simuler un chemin de fissuration quelconque à cause de la perte de rigidité de la structure que cela entraînerait. De même, la méthode XFEM (Moës *et al.*, 1999; Belytschko *et al.*, 2001) était particulièrement appropriée *a priori* pour ce genre de problématique, mais ses développements sont encore trop peu avancés pour envisager des simulations de propagation de fissure avec un comportement viscoplastique anisotrope et des chargements complexes.

On fait donc appel au cadre bien établi de la mécanique de l'endommagement continu. La loi de comportement est considérée comme étant endommageable et ce sont donc les propriétés mécaniques du matériau qui diminuent lorsqu'il est endommagé. On peut alors parler d'endommagement volumique. Comme on a souvent constaté que les bifurcations ont lieu suivant des plans  $\{111\}$  lorsque l'orientation de fissure est  $\sim(001)[110]$  (Flouriot, 2004), on associe un endommagement à ces plans. Ceci est d'autant plus compréhensible que ce sont des plans de glissement privilégié en raison de leur densité atomique.

A un plan  $\{111\}$  donné, on associe trois systèmes d'endommagement. Le premier système permet de décrire la possibilité qu'a la matière de se séparer selon la normale au plan  $\{111\}$  considéré ("mode I" en quelque sorte). C'est ce que l'on appelle le système d'ouverture<sup>3</sup>. Les deux autres systèmes sont des systèmes d'accommodation. Ils permettent de tenir compte des mouvements dans des directions coplanaires avec le plan d'endommagement considéré ("mode II" et "mode III" en quelque sorte). Ceci permet de prendre en compte une propagation suivant un mode de sollicitation mixte (combinaison des modes I et II par exemple, ce qui survient lorsque la fissure bifurque). Cette définition de deux systèmes d'accommodation est d'autre part nécessaire pour autoriser les mouvements de translation possibles d'un solide rigide, utiles lorsque l'élément de matière est cassé. On peut schématiser ceci comme sur la figure 6.12.

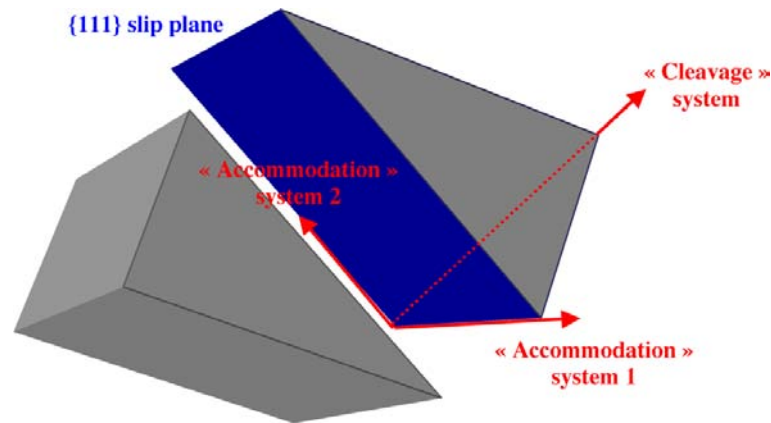


Figure 6.12: Schéma illustrant les trois systèmes d'endommagement associés à un plan  $\{111\}$ .

Il est important de noter qu'on donne la possibilité de définir un endommagement sur certains plans de glissement seulement. C'est nécessaire pour bien comprendre certains phénomènes. Dans les simulations 2D sur l'orientation  $\sim(001)[110]$ , on sait que la solution asymptotique prévoit une activation symétrique des systèmes associés aux plans  $(111)$  et  $(11\bar{1})$ . Par contre,

<sup>3</sup>On parle aussi de contrainte de "clivage". C'est un abus de langage puisque la plupart des CFC, dont le nickel, ne clivent pas (Francois *et al.*, 1992).

les deux autres plans octaédriques,  $(1\bar{1}1)$  et  $(\bar{1}11)$ , correspondent à une bande en genou verticale (figure 3.8, page 85) qui est une structure complexe. Afin de préserver la symétrie et de mieux comprendre les phénomènes, on va donc associer un endommagement uniquement aux deux plans  $(111)$  et  $(11\bar{1})$  dans un premier temps, comme on l'explique dans la section 6.3.4.

### 6.3.1.2 Equations d'endommagement

On modifie l'équation de partition des déformations en introduisant un terme supplémentaire  $\dot{\xi}^d$  lié à l'endommagement :

$$\dot{\xi} = \dot{\xi}^e + \dot{\xi}^p + \dot{\xi}^d \quad (6.6)$$

Ce tenseur de vitesse de déformation associée à l'endommagement est défini ainsi :

$$\dot{\xi}^d = \sum_{s=1}^{N_{plane}^d} \dot{\delta}_c^s \underline{\mathbf{n}}^s \otimes \underline{\mathbf{n}}^s + \dot{\delta}_1^s \underline{\mathbf{n}}^s \otimes \underline{\mathbf{l}}_1^s + \dot{\delta}_2^s \underline{\mathbf{n}}^s \otimes \underline{\mathbf{l}}_2^s \quad (6.7)$$

où  $\dot{\delta}_c^s$  est la vitesse d'ouverture,  $\dot{\delta}_1^s$  est la vitesse de glissement dans la première direction d'accommodation et  $\dot{\delta}_2^s$  est la vitesse d'accommodation dans la deuxième direction d'accommodation.  $N_{plane}^d$  représente le nombre de systèmes d'endommagement considérés.

Une variable d'endommagement global  $d$  est introduite et définie comme :

$$\dot{d}^s = |\dot{\delta}_c^s| + |\dot{\delta}_1^s| + |\dot{\delta}_2^s| \quad (6.8)$$

Cette variable d'endommagement  $d$  est différente de la variable  $D$  utilisée dans les modèles usuels de mécanique de l'endommagement continu. Ici, la variable  $d$  peut dépasser 1. Cette variable permet de traduire le fait que lorsque l'endommagement commence par exemple selon un système d'accommodation (mode II par exemple), cela a une répercussion sur la résistance globale du matériau, c'est-à-dire que le seuil d'endommagement va diminuer pour les deux autres systèmes d'endommagement.

Il y a trois critères d'endommagement, un pour l'ouverture et les deux autres pour les deux directions d'accommodation dans le plan.

$$f_c^s = |\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s| - Y^s \quad (6.9)$$

$$f_1^s = |\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_1^s| - Y^s \quad (6.10)$$

$$f_2^s = |\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_2^s| - Y^s \quad (6.11)$$

$Y^s$  est un seuil d'endommagement commun aux trois critères. Il diminue lorsque  $d$  augmente :

$$Y^s = \sigma_d^s - H d^s \quad (6.12)$$

$H$  est une constante positive qui détermine le taux de décroissance de  $Y^s$  lorsque  $d$  augmente. Quand  $d$  atteint puis dépasse une valeur seuil  $d_{ult}$ , la contrainte  $\sigma_d^s$  reste égale à  $\sigma_{ult}$  (paramètre du modèle ayant une valeur très petite) :

$$H = \frac{\sigma_d^s - \sigma_{ult}}{d_{ult}^s} \quad (6.13)$$

$\sigma_d^s$  est une contrainte critique qui est couplée à la plasticité. On traduit ainsi le fait que la contrainte de "clivage" diminue lorsque la déformation plastique s'accumule.

$$\sigma_d^s = \sigma_{d_0}^s e^{(-\beta \sum_{g=1}^{12} \nu^g)} + \sigma_{ult} \quad (6.14)$$

où  $\sigma_{d_0}^s$ ,  $\beta$  et  $\sigma_{ult}$  sont trois paramètres du modèle.  $\sigma_{d_0}^s$  s'interprète comme une contrainte de "clivage" en absence de déformation plastique.  $\beta$  est un paramètre qui permet d'ajuster l'importance du couplage entre la plasticité cumulée et l'endommagement.  $\sigma_{ult}$  est la contrainte résiduelle qui subsiste pour des raisons numériques en un point matériel après qu'il a été totalement endommagé.

L'évolution de l'endommagement est définie différemment pour l'ouverture et l'accommodation. Pour l'ouverture, il est nécessaire de prendre en compte l'aspect unilatéral de l'endommagement. C'est la raison pour laquelle on écrit :

$$\text{Si } \delta_c^s \leq 0 \text{ et } \underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s < 0 : \quad \dot{\delta}_c^s = 0 \quad \text{sinon : } \dot{\delta}_c^s = \left\langle \frac{f_c^s}{K_d} \right\rangle^{n_d} \text{sign}(\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s) \quad (6.15)$$

Ceci signifie que si la fissure est fermée ( $\delta_c^s \leq 0$ ) et que l'on applique des efforts de compression ( $\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s < 0$ ), l'endommagement n'évolue plus. Sinon, la vitesse d'ouverture  $\dot{\delta}_c^s$  peut varier, aussi bien pour permettre l'écartement des lèvres de la fissure ( $\dot{\delta}_c^s > 0$ ) que leur rapprochement ( $\dot{\delta}_c^s < 0$ ).

En ce qui concerne les systèmes d'accommodation, lorsque la fissure est refermée et qu'on l'empêche de s'ouvrir, on désactive l'endommagement et il ne peut plus y avoir de mouvements dus à l'endommagement dans les directions d'accommodation :

$$\text{Si } \delta_c^s \leq 0 \text{ et } \underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s < 0 : \quad \dot{\delta}_i^s = 0 \quad \text{sinon : } \dot{\delta}_i^s = \left\langle \frac{f_i^s}{K_d} \right\rangle^{n_d} \text{sign}(\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_i^s) \quad (6.16)$$

où  $i = 1, 2$  désigne l'un des deux systèmes d'accommodation.

Pour résumer, les équations d'endommagement qui viennent d'être présentées font appel à cinq paramètres qui doivent être identifiés :  $K_d$ ,  $n_d$ ,  $\sigma_{d_0}$ ,  $H$  et  $\beta$  (contre deux,  $r$  et  $\alpha$ , pour le modèle de post-traitement). Le sixième paramètre,  $\sigma_{ult}$ , est choisi arbitrairement petit pour éviter des problèmes numériques.

### 6.3.2 Implantation du modèle et mise en œuvre

#### 6.3.2.1 Implantation dans le code Z-Set

Ce modèle est programmé en Zebfront. Il s'agit d'un langage propre au code Z-Set, qui ressemble au C++ et est destiné à faciliter la programmation de modèles dans le code. A la compilation, le fichier est pré-traité avec Zebfront et transformé en véritable C++, qui est ensuite compilé pour obtenir au final le fichier ".so" de librairie dynamique. L'intégration temporelle de la loi est effectuée grâce à une méthode explicite de Runge-Kutta du deuxième ordre.

### 6.3.2.2 Vérifications et mise en œuvre

Afin de vérifier la justesse de l'implantation du modèle dans le code, on effectue une comparaison entre le modèle classique de comportement du monocristal "gen-evp" et notre modèle "crackgrowth". On simule donc un chargement de fatigue à 0,1 Hz sur une éprouvette CT avec les deux modèles, en considérant uniquement les systèmes de glissement octaédriques. L'endommagement est désactivé dans le modèle "crackgrowth". La loi de comportement utilisée est celle du PWA1483 à 950°C. On compare la réponse obtenue après 10 cycles et l'on constate qu'on obtient bien les mêmes résultats avec les deux modèles. Ceci peut se vérifier sur la figure 6.13, sur laquelle est représentée la contrainte d'ouverture  $\sigma_{22}$  le long d'un contour qui entoure la pointe de fissure à 50  $\mu\text{m}$ .

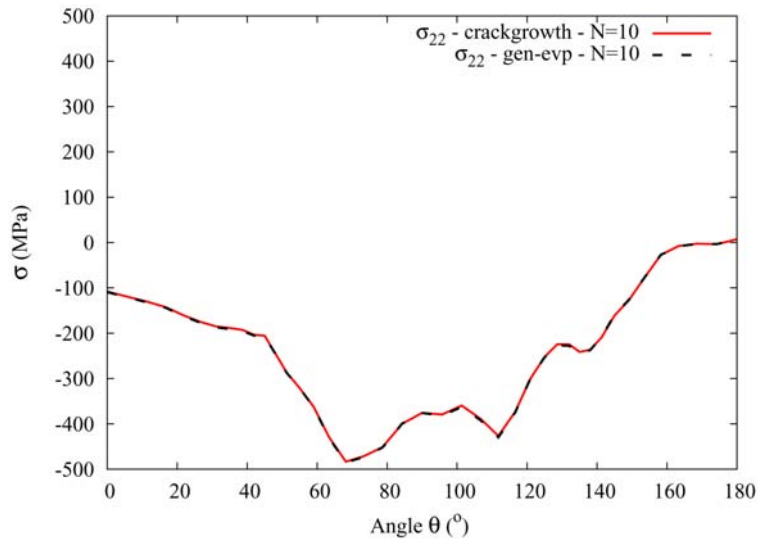


Figure 6.13: Comparaison des contraintes  $\sigma_{22}$  obtenues avec le modèle gen-evp standard et notre modèle "crackgrowth" le long d'un contour à la pointe d'une fissure.

La mise en œuvre du modèle est très simple. Dans le fichier de mise en données du calcul par éléments finis, on fait appel à la loi de comportement "crackgrowth". Ce modèle de comportement comprend à la fois les équations du modèle de Cailletaud et Méric (Méric *et al.*, 1991) et les équations d'endommagement que nous venons de définir. On est donc en présence d'une loi de comportement cristallographique endommageable.

### 6.3.3 Exemple simple : rupture d'un élément de volume

Avant de tester le modèle sur un calcul de propagation de fissure, il est nécessaire de s'assurer qu'il fonctionne correctement. C'est pour cette raison que nous avons vérifié si la formulation présentée à la section 6.3.1 permettait d'obtenir le "clivage" simple d'un élément de volume, et si l'accommodation se faisait bien une fois l'élément rompu.

On maille donc un système très simple bidimensionnel avec des éléments quadratiques à intégration réduite. La structure est pourvue d'une petite entaille à mi-hauteur pour amorcer l'endommagement à cet endroit (figure 6.14). On associe trois systèmes d'endommagement au plan (010)<sup>4</sup> :

<sup>4</sup>Il ne s'agit pas d'un plan {111} mais cela n'a pas d'importance puisque le but du calcul est simplement de constater si les équations d'endommagement autorisent les translations voulues.

- (010)[010] : système d'ouverture.
- (010)[100] : système d'accommodation n°1.
- (010)[001] : système d'accommodation n°2 (inutile ici puisque le calcul est 2D).

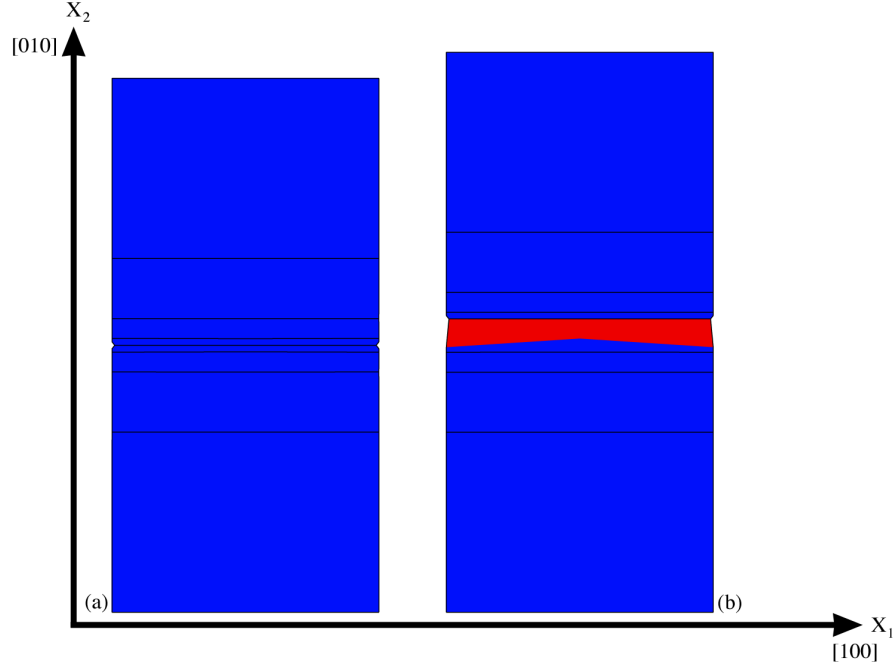


Figure 6.14: Maillage utilisé pour le test du modèle. La largeur du maillage vaut 1 mm et sa hauteur 2 mm. (a) Géométrie initiale de l'élément. (b) Géométrie une fois la zone centrale endommagée (à  $t = 50$  s).

Le comportement du matériau est choisi initialement élastique linéaire ( $E = 200000$  MPa,  $\nu = 0,3$ ). Il n'y a donc pas de systèmes de glissement définis. Les valeurs choisies pour les paramètres d'endommagement sont indiquées dans le tableau 6.1. On peut noter que le paramètre  $\beta$  vaut arbitrairement 0. On aurait pu lui donner n'importe quelle autre valeur puisqu'il n'y a pas de plasticité, donc pas de diminution possible de  $\sigma_d$  à cause de la plasticité. On impose des déplacements selon  $X_1$  et  $X_2$  au sommet de la structure. Les valeurs de ces déplacements sont indiquées dans le tableau 6.2. Ils sont aussi représentés sur la figure 6.15. Après avoir tiré sur l'élément selon [010] et l'avoir cassé, on referme la "fissure" ( $t = 20$  s), ce qui permet de tester l'aspect unilatéral de l'endommagement. Ensuite ( $t \geq 50$  s), on maintient ouvert l'élément et on sollicite la structure selon  $U_1$ , ce qui permet de vérifier si le modèle prend bien en compte la rupture, en autorisant des déplacements latéraux sans augmentation de l'effort.

| Parameters | $K_d$                               | $n_d$ | $\sigma_{ult}$ | $\sigma_{d_0}$ | $H$   | $\beta$ |
|------------|-------------------------------------|-------|----------------|----------------|-------|---------|
| Units      | MPa.s <sup>1/<math>n_d</math></sup> |       | MPa            | MPa            | MPa   |         |
| Values     | 8.                                  | 20.   | 0.001          | 500.           | 1000. | 0.      |

Tableau 6.1: Valeurs des paramètres d'endommagement utilisées pour le calcul de "clivage".

Les résultats (efforts selon  $X_1$  et selon  $X_2$ ) sont présentés sur la figure 6.16. La surface supportant les efforts étant de 1 mm<sup>2</sup>, on a donc 1 MPa  $\leftrightarrow$  1 N. Par abus de langage, on assimile dans les lignes qui suivent contrainte et force.

| Time (s)   | 0    | 10   | 30   | 50   | 70   | 90    |
|------------|------|------|------|------|------|-------|
| $U_2$ (mm) | 0.00 | 0.1  | -0.1 | 0.1  | 0.1  | 0.1   |
| $U_1$ (mm) | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.02 | -0.02 |

Tableau 6.2: Valeurs des déplacements imposés au sommet de la structure de la figure 6.14.

Au début du chargement, la force  $RU_2$  augmente fortement. Au bout de 0,5 s, la valeur critique  $\sigma_{d_0}$  est atteinte. La force  $RU_2$  diminue alors avec une vitesse  $H$  pour atteindre la valeur  $\sigma_{ult}$ , proche de 0. Elle passe de  $+\sigma_{ult}$  à  $-\sigma_{ult}$  lorsque le sens de sollicitation change (à  $t = 10$ s), jusqu'à ce qu'il y ait à nouveau contact ( $U_2 = 0$  à  $t = 20$ s). La structure retrouve alors sa rigidité, et le déplacement imposé induit une force maximale  $RU_2$  en compression de 10000 N. Le changement de sens de sollicitation à  $t = 30$ s permet de constater que la rigidité d'un élément élastique non endommagé est conservée. Lorsque  $U_2$  redevient positif, à  $t = 40$ s,  $RU_2$  est saturée à  $\sigma_{ult}$ , ce qui signifie que la "fissure" s'ouvre à nouveau. Les sollicitations ultérieures en déplacement selon  $X_1$  n'affectent pas  $RU_2$ .

En ce qui concerne  $RU_1$ , on constate qu'elle reste constamment proche de 0 N. Pour être plus précis,  $RU_1$  est égale à 0 N jusqu'à  $t = 50$ s. A cet instant, on impose un déplacement de la partie supérieure vers la droite, alors que l'élément a été rompu par les sollicitations précédentes selon  $X_2$ . On a donc  $RU_1 = +\sigma_{ult}$  entre  $t = 50$ s et  $t = 70$ s, puis  $RU_1 = -\sigma_{ult}$  entre  $t = 70$ s et  $t = 90$ s.

On a donc montré ici que l'aspect unilatéral de l'endommagement est bien pris en compte. De plus, l'endommagement total d'un élément a bien pour conséquence une rigidité nulle dans les autres directions de sollicitation.

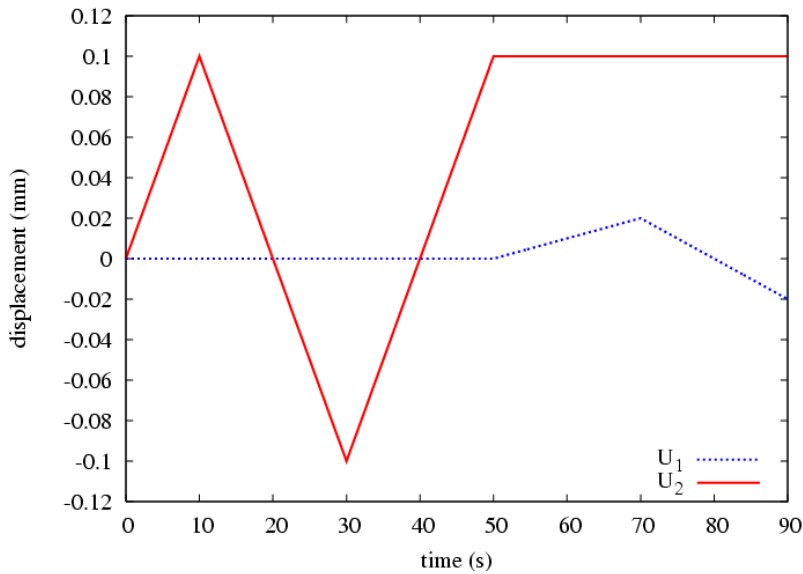


Figure 6.15: Déplacements imposés au sommet du maillage.

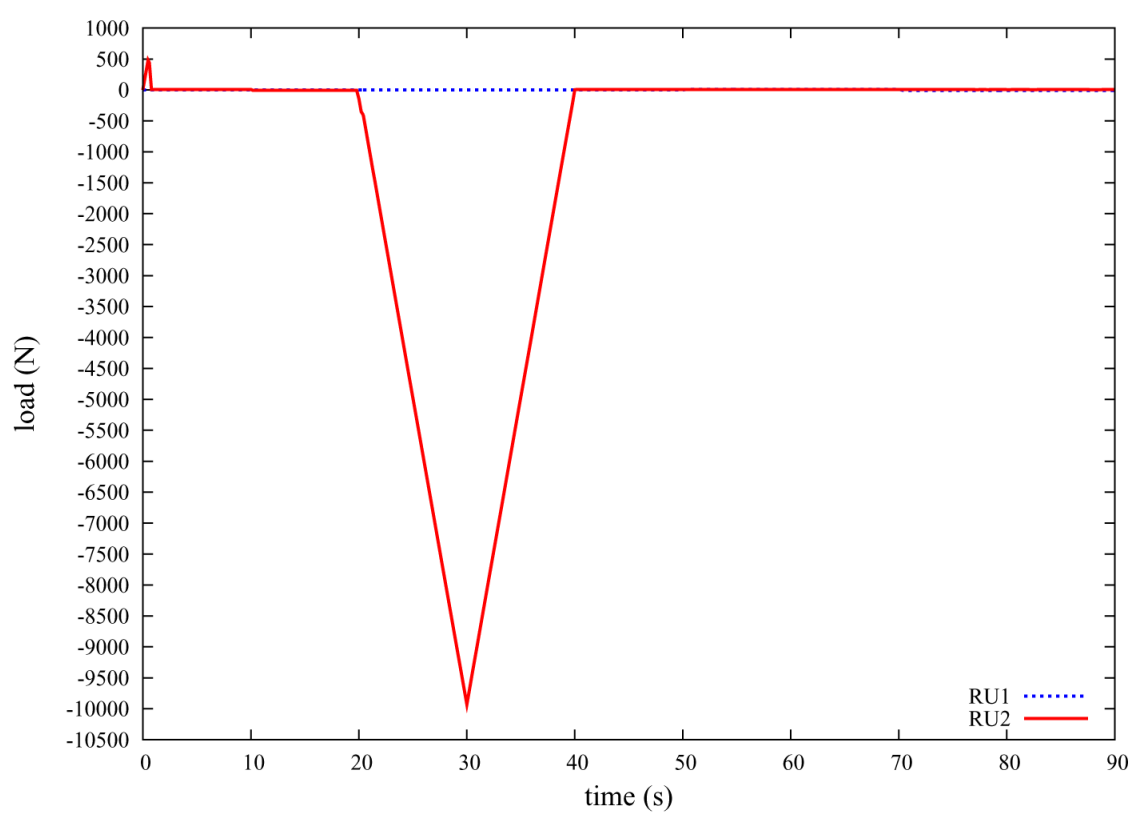


Figure 6.16: Efforts résultants selon  $X_1$  et  $X_2$ .

### 6.3.4 Simulations 2D de propagation de fissure

#### 6.3.4.1 Conditions de calcul

**Maillage.** Tous les calculs sont cette fois effectués en utilisant un maillage complet de l'éprouvette CT, afin d'observer d'éventuelles bifurcations de fissure (figure 6.17). Le maillage à la pointe de fissure est régulier, avec des éléments du même type que ceux présentés précédemment. La plupart des calculs présentés ici ont été réalisés avec des éléments de  $50\ \mu\text{m}$  afin d'avoir des temps de calcul raisonnables pour pouvoir identifier les paramètres qui permettent une bonne description de la propagation de fissure. Ces éléments ne permettent pas une aussi bonne description du champ en pointe de fissure que des éléments de  $5\ \mu\text{m}$ . Néanmoins, ils sont d'une taille plus raisonnable par rapport aux applications industrielles (maillage d'une aube complète).

Tous les calculs sont effectués avec des conditions de déformations planes. Le rapport de charge vaut 0,1 et la fréquence est 0,1 Hz. Cette faible fréquence a été choisie pour éviter d'avoir des vitesses de déformations très importantes en pointe de fissure. En effet, comme on peut le voir dans le chapitre 2 (équation 2.7), la loi de Norton choisie ne permet pas d'obtenir une saturation de la contrainte lorsque la vitesse de déformation devient très importante (on se trouve en dehors du domaine d'identification des paramètres  $K$  et  $n$  de la loi de comportement). En appliquant un chargement à 20 Hz, on risque d'obtenir des contraintes très élevées qui ne seront pas représentatives des contraintes réelles dans le matériau.

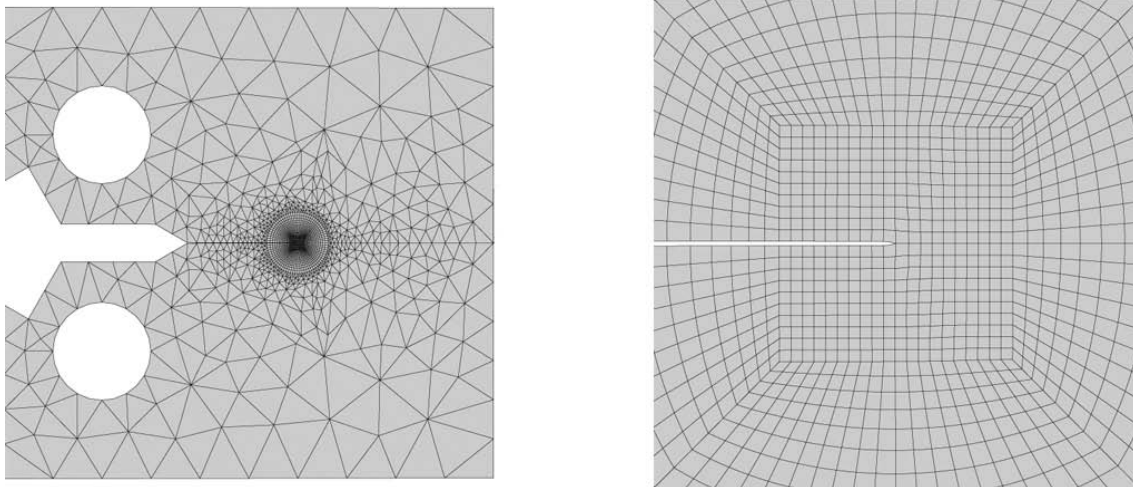


Figure 6.17: Maillage utilisé pour les calculs de propagation de fissure avec le modèle couplé "crack-growth".

**Systèmes de glissement et d'endommagement.** Une seule orientation de fissure est considérée :  $\gamma(001)[110]$ . Ce choix a été fait après prise en considération de la théorie de la plasticité cristalline. En effet, dans le cas de la solution asymptotique, la structure des bandes de glissement est plus ou moins compliquée suivant l'orientation de fissure que l'on considère. Comme on peut le voir sur la figure 3.8 (page 85), la combinaison des systèmes de glissement permettant d'obtenir un état de déformations planes est plus simple pour l'orientation  $\gamma(001)[110]$  que pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  (figure 3.9, page 85). Dans ce dernier cas, la bande de localisation "avant" est constituée de la superposition d'une bande de glissement et d'une bande en genou.<sup>5</sup>

<sup>5</sup>Ces bandes de localisation de la déformation apparaissent principalement à basse température. Les bandes



La théorie du glissement utilisée par Rice en déformations planes pour trouver la solution asymptotique en pointe de fissure d'un monocristal CFC ductile prévoit que quatre systèmes octaédriques se combinent deux-à-deux pour l'orientation de fissure  $\gamma(001)[110]$ , de manière à former deux "super-systèmes" ("effective slip systems" en anglais) (Rice, 1987; Forest *et al.*, 2001). Les systèmes  $(11\bar{1})[101]$  et  $(11\bar{1})[011]$  sont soumis à la même quantité de glissement. Ils se combinent algébriquement pour former le super-système  $(11\bar{1})[112]$ . Pour faciliter la compréhension, on montre sur la figure 6.18 une représentation en perspective de ces systèmes. De même, les systèmes  $(111)[10\bar{1}]$  et  $(111)[01\bar{1}]$  se combinent pour former le super-système  $(111)[11\bar{2}]$ . La figure 6.19 représente l'intersection de ces super-systèmes avec le plan du maillage  $(1\bar{1}0)$ . La trace de l'intersection des plans octaédriques  $(11\bar{1})$  et  $(111)$  avec le plan  $(1\bar{1}0)$  correspond à deux lignes à  $\pm 54,7^\circ$  de la direction de propagation  $[110]$ .

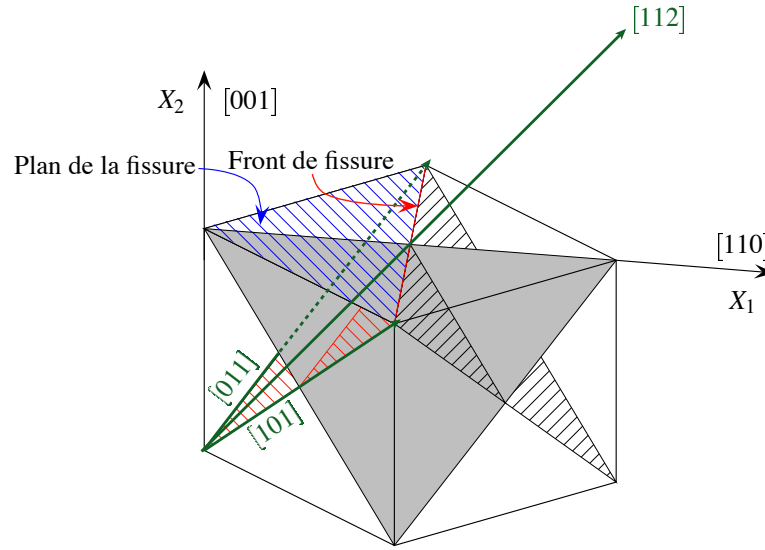


Figure 6.18: Schéma illustrant la combinaison des systèmes octaédriques  $(11\bar{1})[101]$  et  $(11\bar{1})[011]$  pour former le super-système de glissement  $(11\bar{1})[112]$ . Le plan hachuré en rouge est le plan  $(11\bar{1})$ .

Dans notre calcul, nous avons décidé de tenir compte des douze systèmes octaédriques pour décrire la déformation élasto-viscoplastique du monocristal. Par contre, nous avons choisi de n'associer l'endommagement qu'à deux des quatre plans octaédriques :  $(111)$  et  $(11\bar{1})$ . En effet, les deux autres plans ( $(\bar{1}\bar{1}1)$  et  $(\bar{1}1\bar{1})$ ) intersectent le plan  $(1\bar{1}0)$  selon une direction parallèle à  $[110]$ . Ils s'activent à basse température dans une bande à  $90^\circ$ , qui est une bande en genou, comme l'ont montré analytiquement et numériquement Rice (Rice, 1987) et Flouriot (Flouriot *et al.*, 2003b) (figure 3.8). Flouriot (Flouriot, 2004) a pu observer que les fissures ne suivent généralement pas les bandes en genou, mais elles les traversent parfois entre deux bifurcations. C'est en raison de ce comportement mal compris que nous avons décidé de ne pas en tenir compte pour une première approche.

On a donc six systèmes de glissement associés aux deux plans octaédriques  $(111)$  et  $(11\bar{1})$  :

- $(111)[111]$  : système d'ouverture associé au plan  $(111)$ .
- $(111)[11\bar{2}]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(111)$ .
- $(111)[1\bar{1}0]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(111)$  (non utilisé en 2D).

pour lesquelles la trace des plans activés est parallèle à la bande sont ce que l'on appelle des bandes de glissement, ou "slip bands". Celles qui correspondent à des plans activés dont la trace est perpendiculaire à la bande de localisation sont des bandes en genou, ou "kink bands". (Jaoul, 1965; Flouriot, 2004).

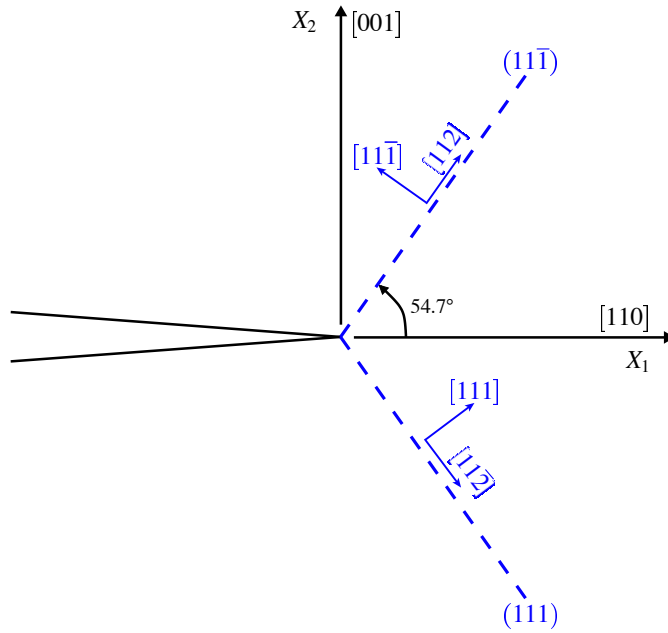


Figure 6.19: Schéma illustrant le lieu d'intersection des plans  $(11\bar{1})$  et  $(111)$  avec le plan  $(1\bar{1}0)$  et la position des super-systèmes.

- $(11\bar{1})[11\bar{1}]$  : système d'ouverture associé au plan  $(11\bar{1})$ .
- $(11\bar{1})[112]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(11\bar{1})$ .
- $(11\bar{1})[1\bar{1}0]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(11\bar{1})$  (non utilisé en 2D).

Notons que les systèmes ayant une "direction d'endommagement" avec une composante hors plan  $(1\bar{1}0)$  sont définis mais ne servent pas pour un calcul 2D. On vérifie d'ailleurs bien pendant les calculs que  $|\underline{n}^s \cdot \underline{\sigma} \cdot \underline{l}_2^s|$  est nul à tout instant pour ces systèmes d'endommagement (par exemple, figure 6.29, systèmes 3 et 6).

**Essai de référence.** Les simulations sont faites en considérant le comportement du PWA1483 à 950°C. L'essai de référence pour l'orientation  $\succ(001)[110]$  à 0,1 Hz est donc l'essai 127H2B.

**Visualisation de l'endommagement.** Dans toutes les figures de propagation de fissure qui suivent, on représente les isovaleurs de la variable  $d$  pour visualiser la fissure. On a choisi comme gamme de mesure les valeurs comprises entre 0 et 0,1. En effet, pour  $H$  grand (500 MPa ou plus), lorsque  $d$  vaut 0,1 en un point matériel, la matière est rompue. Dès que le critère d'endommagement est vérifié,  $d$  augmente et fait chuter très rapidement le seuil  $Y$  (équation 6.12), ce qui occasionne une augmentation rapide de  $d$ . On montre un exemple d'évolution de la variable  $d$  en différents points pour un des calculs (page 205). De plus, on obtient les mêmes longueurs de fissure en représentant le seuil d'endommagement  $Y$ . Mais la visualisation n'est pas très simple avec cette variable car elle couvre une large plage de valeurs ( $Y$  est compris entre  $\sigma_{d0}$  et  $\sigma_{ult}$ ).

### 6.3.4.2 Influence des paramètres sur la propagation de fissure

On choisit dans un premier temps d'effectuer des calculs sans prendre en compte le couplage avec la plasticité ( $\beta = 0$ ). En revanche, on choisit une valeur de  $H$  assez faible, ce qui permet

de faire décroître le seuil  $Y$  lentement tout en évitant de recourir au couplage avec la plasticité et en évitant des problèmes de convergence du calcul. On peut voir sur la figure 6.20 que la fissure propage hors de son plan (001) : il y a branchement et deux fissures apparaissent, se propageant à environ  $55^\circ$  de la direction [110]. Cet angle correspond à celui que font les plans (11 $\bar{1}$ ) et (111) avec [110]. Après 119 cycles, la longueur de fissure peut être estimée à  $\simeq 415 \mu\text{m}$ <sup>6</sup>.

Pour tester l'influence du couplage sur la propagation de fissure, on prend alors  $\beta = 2$ . On a donc le jeu de paramètres du tableau 6.4. La figure 6.21 montre que la propagation est qualitativement la même. En revanche, la longueur de fissure est plus importante après 119 cycles, puisqu'elle vaut  $540 \mu\text{m}$ . L'introduction d'un terme  $\beta$  non nul permet donc d'influencer la vitesse de propagation de fissure, comme on aurait pu s'y attendre.

| Parameters | $K_d$                  | $n_d$ | $\sigma_{ult}$ | $\sigma_{d_0}$ | $H$ | $\beta$ |
|------------|------------------------|-------|----------------|----------------|-----|---------|
| Units      | $\text{MPa.s}^{1/n_d}$ |       | MPa            | MPa            | MPa |         |
| Values     | 8.                     | 20.   | 0.1            | 500.           | 10. | 0.      |

Tableau 6.3: Valeurs des paramètres d'endommagement utilisées pour le calcul sans couplage (figure 6.20).

| Parameters | $K_d$                  | $n_d$ | $\sigma_{ult}$ | $\sigma_{d_0}$ | $H$ | $\beta$ |
|------------|------------------------|-------|----------------|----------------|-----|---------|
| Units      | $\text{MPa.s}^{1/n_d}$ |       | MPa            | MPa            | MPa |         |
| Values     | 8.                     | 20.   | 0.1            | 500.           | 10. | 2.      |

Tableau 6.4: Valeurs des paramètres d'endommagement utilisées pour le calcul avec couplage léger (figure 6.21).

On utilise maintenant un jeu de paramètres différent (tableau 6.5), avec notamment une contrainte critique initiale beaucoup plus importante (5000 MPa) et un terme  $H$  grand (1000 MPa) pour décrire une rupture rapide de la matière dès que l'endommagement est initié. Les figures 6.22 et 6.23 montrent que la propagation de fissure est différente : cette fois la fissure se propage dans son plan, malgré des systèmes d'endommagement exclusivement orientés à  $54,7^\circ$  ! Les deux modes d'ouverture symétriques se combinent donc pour donner une avancée de fissure rectiligne.

| Parameters | $K_d$                  | $n_d$ | $\sigma_{ult}$ | $\sigma_{d_0}$ | $H$   | $\beta$ |
|------------|------------------------|-------|----------------|----------------|-------|---------|
| Units      | $\text{MPa.s}^{1/n_d}$ |       | MPa            | MPa            | MPa   |         |
| Values     | 8.                     | 20.   | 0.1            | 5000.          | 1000. | 5.      |

Tableau 6.5: Valeurs des paramètres d'endommagement utilisées pour le calcul de référence en fatigue à  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , avec un maillage de  $50 \mu\text{m}$ . (figures 6.22 et 6.23).

On peut aussi constater que le calcul s'effectue bien comme si les éléments endommagés n'existaient plus. En effet, si l'on trace la contrainte  $\sigma_{22}$  à différents instants (figures 6.24 et

<sup>6</sup>En raison de l'angle important entre le plan de fissuration initial et le plan de fissure réel, on considère la "vraie" longueur de fissure, et pas la longueur projetée sur le ligament

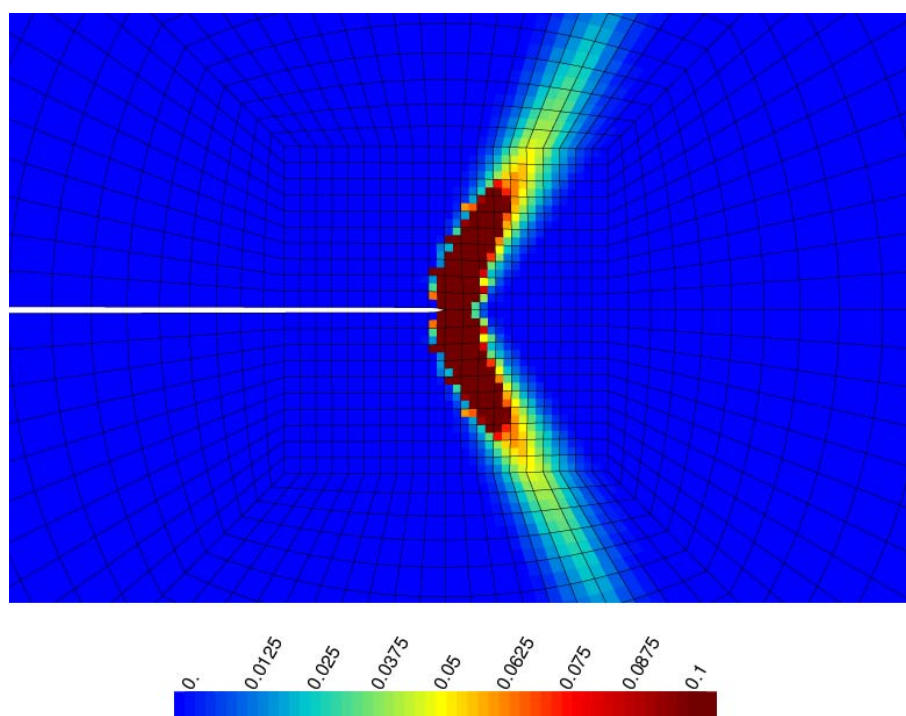


Figure 6.20: Observation de la variable  $d$  après 119 cycles pour le calcul sans couplage (coefficients : cf. tableau 6.3). Maillage  $50\ \mu\text{m}$ .

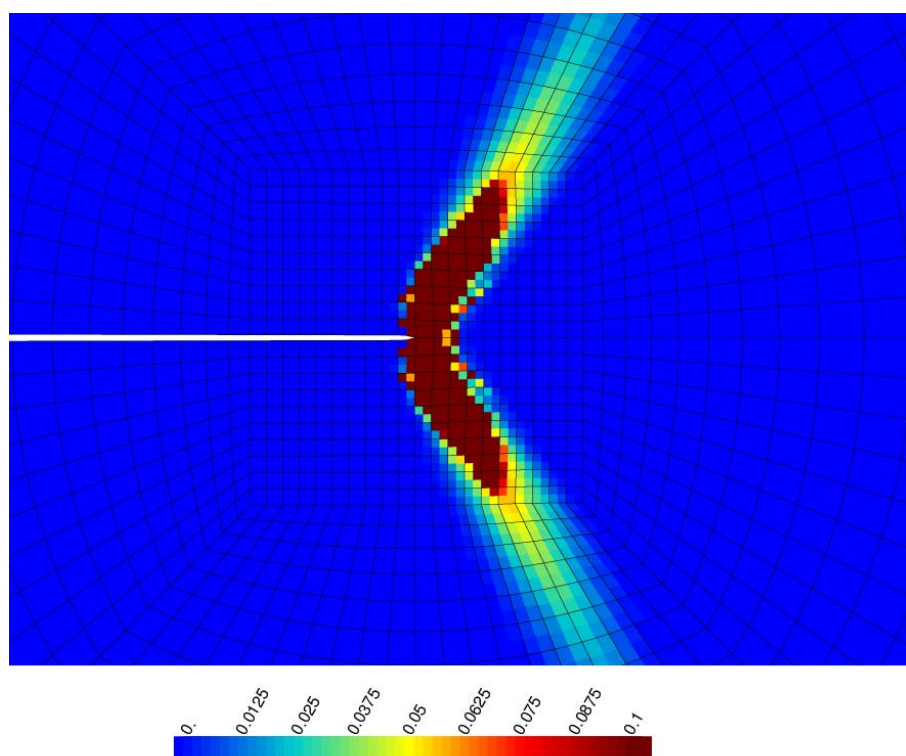


Figure 6.21: Observation de la variable  $d$  après 119 cycles pour le calcul avec un léger couplage ( $\beta = 2$ ) (coefficients : cf. tableau 6.4). Maillage  $50\ \mu\text{m}$ .

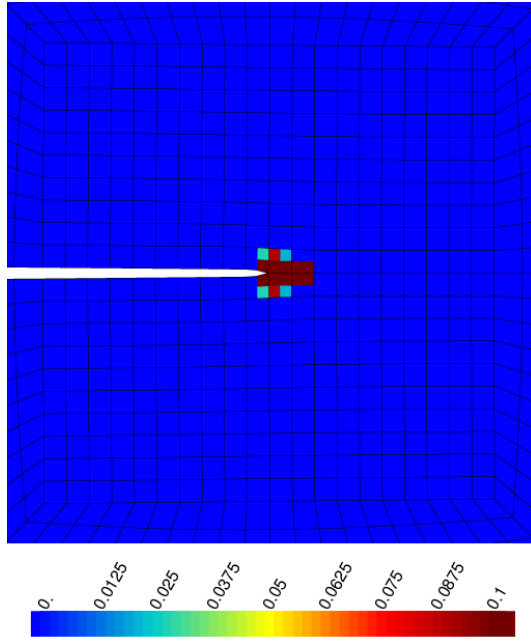


Figure 6.22: Propagation de fissure droite après 18,5 cycles, obtenue avec les paramètres du tableau 6.5.

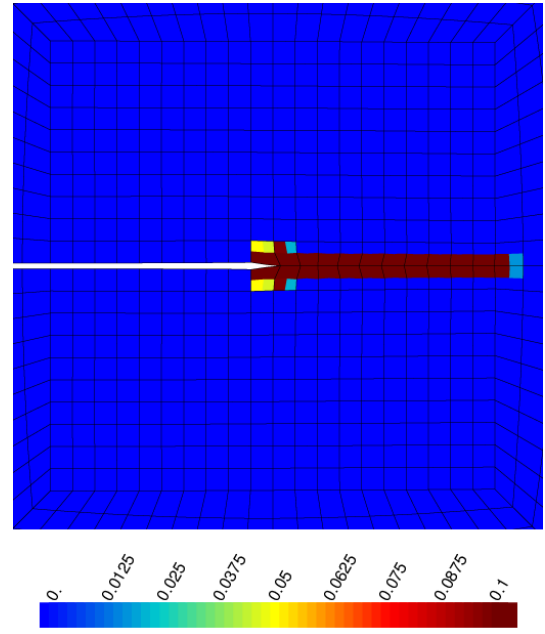


Figure 6.23: Propagation de fissure droite après 78 cycles, obtenue avec les paramètres du tableau 6.5.

6.25), on peut voir que le point où la contrainte est la plus élevée se déplace en même temps que la fissure, bien que les éléments n'aient pas été enlevés du maillage. Ils ne peuvent plus supporter qu'une contrainte  $\sigma_{ult}$  avant de se déformer librement.

De plus, il semble que la fissure accélère lorsqu'elle croît, comme dans la réalité. En effet, la figure 6.26 montre que la fissure a avancé d'environ 100  $\mu\text{m}$  après 18,5 cycles, alors qu'au bout de 78 cycles elle s'est propagée d'environ 525  $\mu\text{m}$ . Ceci correspond à des vitesses de propagation moyennes de respectivement  $5,4 \cdot 10^{-6}$  et  $6,7 \cdot 10^{-6}$  m/cycle. Il semble toutefois que cette accélération ne se poursuive pas (figure 6.26). Ceci est probablement dû à la combinaison d'une taille d'élément importante (50  $\mu\text{m}$ ) qui altère la précision du résultat et une longueur de propagation trop faible pour mettre en évidence le phénomène (le  $\Delta K$  passe de 40 à 42,1  $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  pour cet incrément de 0,525 mm).

Notons que nous n'avons pas changé la valeur des paramètres de viscosité  $K_d$  et  $n_d$  car ces valeurs ont donné de bons résultats pour le calcul de "clivage". Elles ont été choisies de manière à limiter les effets de vitesse tout en permettant une bonne convergence du calcul. De même,  $\sigma_{ult}$  reste égal à 0,1 MPa car il sert *a priori* uniquement à éviter d'avoir une contrainte nulle dans les éléments, ce qui pourrait poser des problèmes numériques.

On a donc montré que le choix des paramètres  $\sigma_{d0}$ ,  $H$  et  $\beta$  permet de jouer non seulement sur la vitesse de propagation de la fissure, mais aussi sur sa direction de propagation. Le modèle permet donc de réaliser ce que nous nous étions donné comme objectif initialement.

#### 6.3.4.3 Calibration d'un jeu de paramètres

Le jeu de paramètres présenté dans le tableau 6.5 est issu d'un nombre important de calculs qui avaient pour but de trouver un jeu de paramètres permettant d'obtenir d'une part une direction de propagation conforme à l'expérience et d'autre part une vitesse de propagation

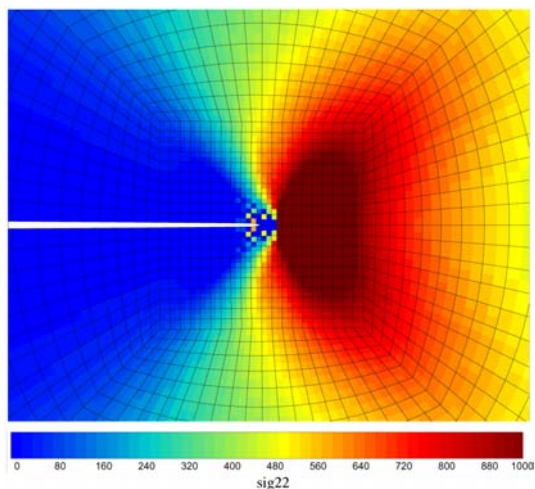


Figure 6.24: Contrainte d'ouverture  $\sigma_{22}$  à charge maximale au 19<sup>ème</sup> cycle, pour le calcul de référence à  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  (paramètres du tableau 6.5).

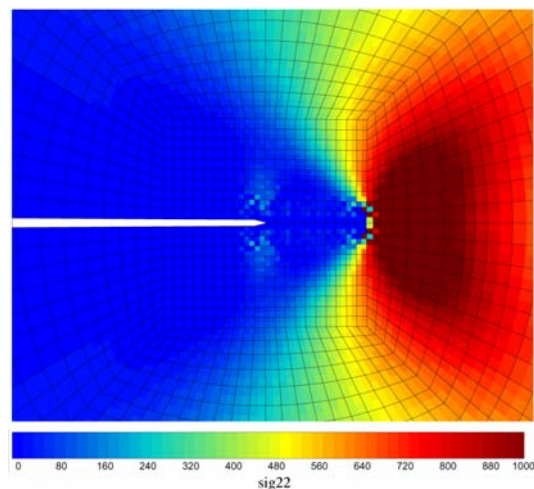


Figure 6.25: Contrainte d'ouverture  $\sigma_{22}$  à charge maximale au 79<sup>ème</sup> cycle, pour le calcul de référence à  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  (paramètres du tableau 6.5).

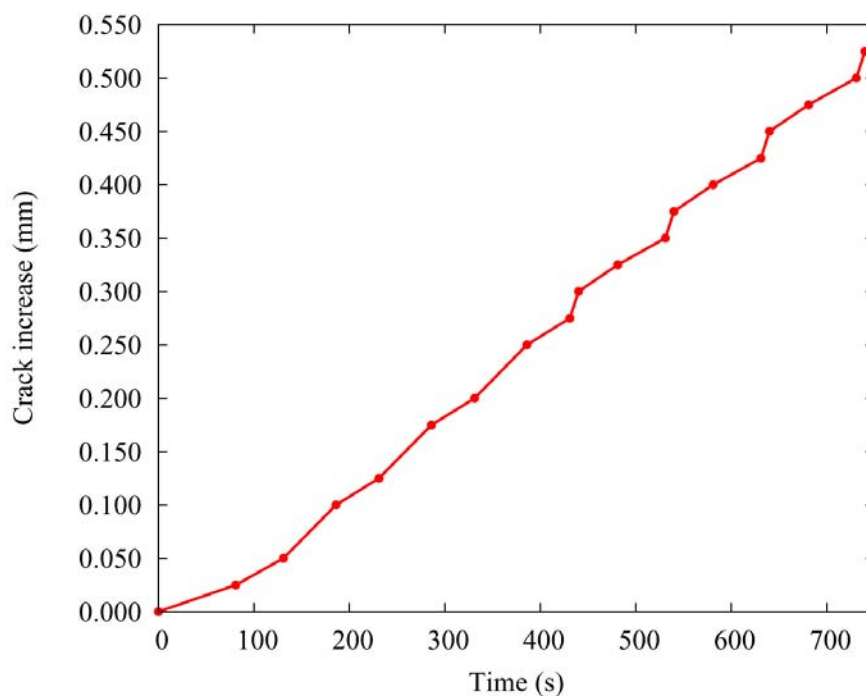


Figure 6.26: Evolution de la longueur de fissure en fonction du temps (paramètres du tableau 6.5).  $\Delta K$  initial :  $40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ . Maillage  $50 \mu\text{m}$ . Fréquence de chargement : 0,1 Hz.



réaliste. Une première estimation de la valeur des paramètres a été faite de la manière suivante. On fixe tout d'abord les valeurs de  $\sigma_{d0}$  et de  $H$ . On a choisi  $\sigma_{d0} = 5000$  MPa, ce qui fait environ 280 fois la valeur de  $r_0$  pour les systèmes octaédriques (18 MPa) ; c'est donc tout-à-fait cohérent pour une valeur limite de rupture. On a par ailleurs pris  $H = 1000$  car on souhaitait une décroissance rapide une fois que l'endommagement était amorcé. L'affaiblissement progressif du matériau est pris en compte grâce au paramètre  $\beta$  qui gère le couplage avec la plasticité. On cherche ensuite à estimer la valeur de  $\beta$ . Pour ce faire, on effectue un calcul par éléments finis en désactivant l'endommagement ( $\beta = 0$  et  $H = 0$  et  $\sigma_{d0}$  largement supérieur à la valeur maximale de  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$  ou  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_i^s|$ ). On trace alors la contrainte de clivage  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$  en fonction du glissement octaédrique cumulé  $\sum_{s=1}^{12} \nu^s$  à un point de Gauss situé à  $40 \mu\text{m}$  de la pointe de fissure (figure 6.27). Sachant que la vitesse expérimentalement constatée à  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  est de  $4 \cdot 10^{-6} \text{ m/cycle}$ , il faut environ 10 cycles pour que la matière commence à être endommagée à ce point d'intégration, c'est-à-dire que  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$  atteigne  $\sigma_d$  (qui dépend de la plasticité cumulée sur les systèmes octaédriques). On connaît la valeur du glissement octaédrique cumulé après ces dix cycles, ainsi que la valeur de  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$ . On peut donc calculer la valeur de  $\beta$  en faisant :

$$\beta = -\frac{1}{\nu^s} \ln \left( \frac{|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|}{\sigma_{d0}} \right) \quad (6.17)$$

La courbe représentant  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$  en fonction de  $\sum_{s=1}^{12} \nu^s$  se trouve à la figure 6.28. Après 10 cycles, on a  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s| = 1850$  MPa et  $\sum_{s=1}^{12} \nu^s = 0,37$ . On en déduit que  $\beta \simeq 27$  (pour  $\sigma_{d0} = 5000$  MPa). Ce calcul est grossier mais il a permis de trouver une première valeur assez réaliste pour  $\beta$ . Cette valeur était trop grande et a été modifiée après plusieurs simulations pour trouver finalement 5.

Sur la figure 6.29, on représente les valeurs  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}^s|$ ,  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_1^s|$  et  $|\underline{\mathbf{n}}^s \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{l}}_2^s|$  relatives à chacun des deux plans d'endommagement définis. On constate, comme nous l'avons remarqué précédemment, que les contraintes suivant les directions d'accommodation n°2 sont nulles. Nous avons considéré pour l'évaluation de  $\beta$  uniquement la contrainte normale au plan (111), qui est la plus grande.

La vitesse de propagation après 18,5 cycles est  $da/dN = 5,4 \cdot 10^{-6} \text{ m/cycle}$ , ce qui est très proche de la vitesse mesurée ( $4 \cdot 10^{-6} \text{ m/cycle}$ ). De plus, le chemin de propagation est droit et localisé, ce qui correspond aux observations faites expérimentalement à haute température. En effet, à  $950^\circ\text{C}$  on observe très peu de bifurcations dans le PWA1483 (chapitre 3).

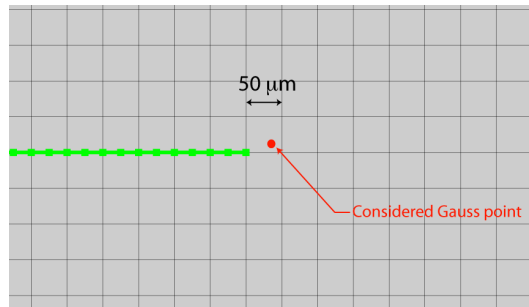


Figure 6.27: Zoom sur le maillage à la pointe de la fissure. Éléments quadratiques à intégration réduite (4 points d'intégration par élément) de  $50 \mu\text{m}$  de côté. On représente le point d'intégration auquel sont évaluées les variables dont l'évolution est représentée sur les figures 6.28 et 6.29.

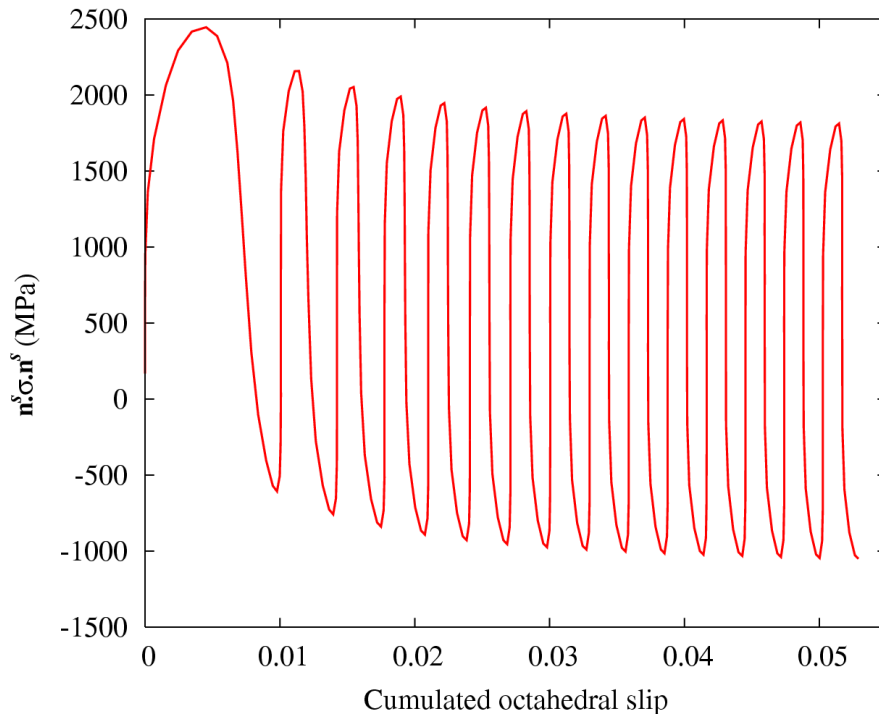


Figure 6.28: Evolution de la contrainte d'ouverture  $n^s \cdot \sigma \cdot n^s$  pour le système d'ouverture (111)[111] (pour lequel cette contrainte est maximale) en fonction de la plasticité cumulée sur les systèmes octaédriques, à un point de Gauss situé dans l'axe de la fissure, à  $40 \mu\text{m}$  devant la pointe. On considère les valeurs au dixième cycle pour estimer la valeur de  $\beta$  en première approximation.

#### 6.3.4.4 Validation à un autre niveau de chargement

Pour valider notre modèle nous avons choisi dans un premier temps d'appliquer un chargement plus petit de manière à voir si le jeu de paramètres trouvé permettait d'obtenir une bonne prévision de la vitesse. Comme dans le cas du modèle de post-traitement, on conserve le même maillage mais on ajuste  $\Delta P$  de façon à avoir  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ .

La propagation de fissure obtenue est qualitativement identique à celle obtenue pour  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  : la fissure se propage droit et elle est localisée (épaisseur d'un élément) (figure 6.30). Par contre la vitesse de propagation de fissure est beaucoup plus faible : comme on peut le voir sur la figure 6.30, la fissure a progressé d'environ  $100 \mu\text{m}$  après 138 cycles, soit une vitesse proche de  $7,2 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$ . La vitesse mesurée à  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  était de  $5 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$ .

On constate donc qu'on a une très bonne estimation de la vitesse de propagation de fissure avec le jeu de paramètres présenté dans le tableau 6.5. Ceci peut être visualisé sur la courbe de fissuration 6.31. La vitesse de fissuration donnée par le modèle à  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  est très proche de celle obtenue expérimentalement pour le même chargement et la même fréquence (0,1 Hz). Remarquons cependant qu'il existe une différence de vitesse de propagation pour  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  entre l'essai à 20 Hz et celui à 0,1 Hz. Cette différence est due à un effet d'environnement (oxydation) et à un effet de fréquence de chargement (viscosité du matériau). Notre modèle ne permet de prendre en compte que l'effet de fréquence et pourtant la vitesse calculée est cohérente avec le résultat expérimental à 0,1 Hz. Il est donc possible que le jeu de paramètres que l'on a trouvé (tableau 6.5) engendre une surestimation de l'importance de la viscosité. Dans ce cas, si l'on modifie la formulation du modèle pour tenir compte de



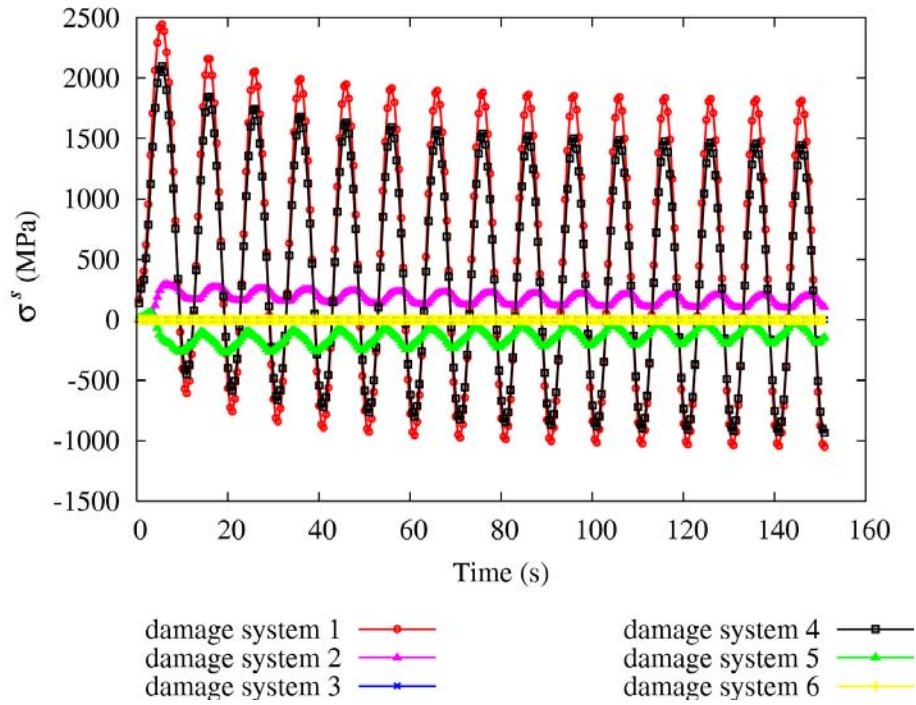


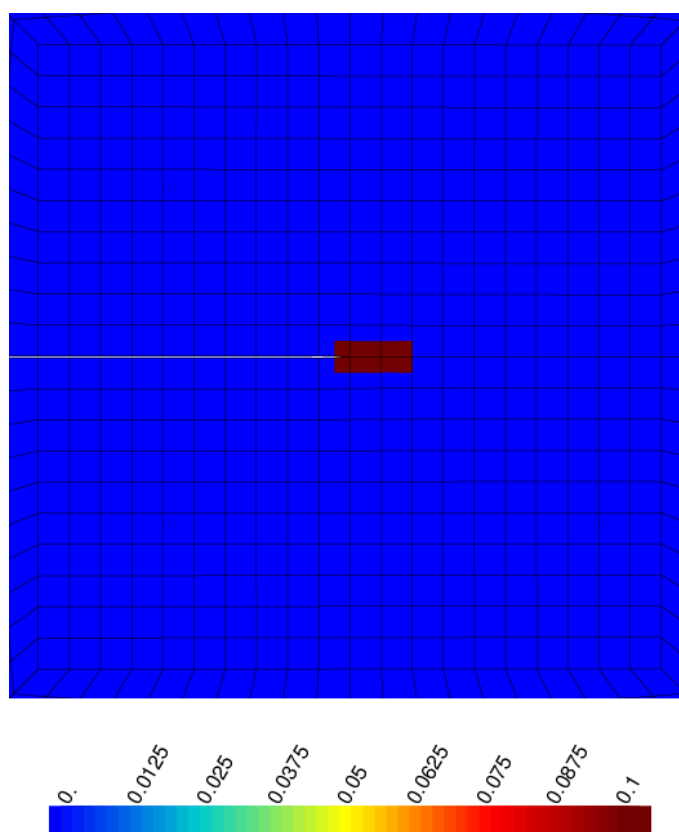
Figure 6.29: Evolution des contraintes en fonction du temps au point d'intégration de la figure 6.27. Systèmes 1 et 4 : contraintes d'ouverture  $n^s \cdot \sigma \cdot n^s$ . Systèmes 2 et 5 : contraintes d'accommodation de type 1  $n^s \cdot \sigma \cdot l_1^s$ . Systèmes 3 et 6 : contraintes d'accommodation de type 2 (hors plan)  $n^s \cdot \sigma \cdot l_2^s$ . La numérotation des systèmes correspond à l'ordre dans lequel ils sont énumérés à la page 194.

l'oxydation, on risque d'avoir une vitesse de fissuration trop grande avec ce jeu de paramètres. On doit donc procéder à des vérifications supplémentaires.

Afin de mieux comprendre la progression de fissure, on trace l'évolution de la variable  $d$  en fonction du temps à trois points de Gauss situés dans la direction  $[110]$  (figure 6.32), à 10,6 ; 60,6 et 110,6  $\mu\text{m}$  de la pointe de fissure (figure 6.33). On constate comme nous l'avons mentionné précédemment que la variable  $d$  croît très rapidement dès que l'endommagement est amorcé.

#### 6.3.4.5 Validation en fatigue-fluage

Jusqu'à présent, nous avons testé le modèle uniquement pour des chargements de fatigue. Les chargements de fatigue-fluage sont très importants dans le cas des applications turbines terrestres ou moteurs civils. Il est donc nécessaire de vérifier si le modèle offre une bonne capacité prédictive de la croissance de fissure pour ce type de chargement. Les essais de propagation de fissure en fatigue-fluage sur éprouvettes CT ont été réalisés uniquement pour l'orientation de fissure  $\succ(001)[100]$ . Or notre modèle dans sa forme actuelle prend en compte un endommagement uniquement lié aux super-systèmes  $(111)[11\bar{2}]$  et  $(11\bar{1})[112]$ , ce qui signifie que les simulations n'ont de sens que pour une orientation de fissure  $\succ(001)[110]$ . Cependant nous avons montré dans le chapitre 3 que la différence de vitesse de propagation de fissure entre ces deux orientations est faible. Ceci est vrai à haute fréquence (figure 3.13, page 90) et à basse fréquence pour  $\Delta K$  supérieur ou égal à  $20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  (figure 3.14, page 91). Nous faisons donc l'hypothèse que dans le cas d'un cycle 10-90-10 s les vitesses de propagation de fissure pour ces deux orientations sont proches aussi. Ceci nous permet de comparer nos résultats de simulation sur l'orientation  $\succ(001)[110]$  avec les résultats obtenus pour l'orientation  $\succ(001)[100]$



*Figure 6.30:* Propagation de fissure droite après 138 cycles pour  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ , avec le jeu de paramètres de référence (tableau 6.5). Maillage  $50 \mu\text{m}$ .

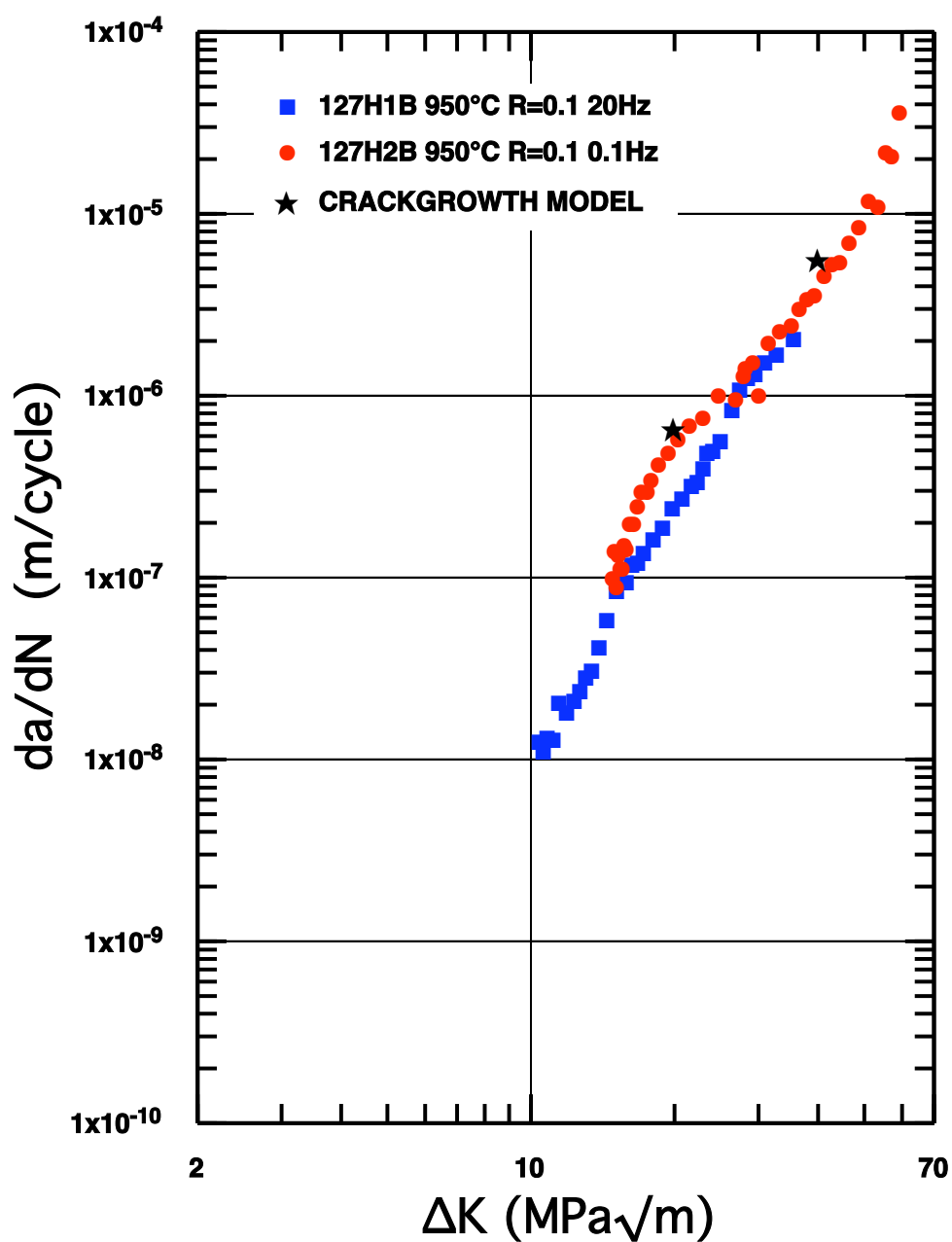


Figure 6.31: Comparaison entre résultats expérimentaux et vitesses de propagation de fissure calculées. Maillage 50  $\mu\text{m}$ .

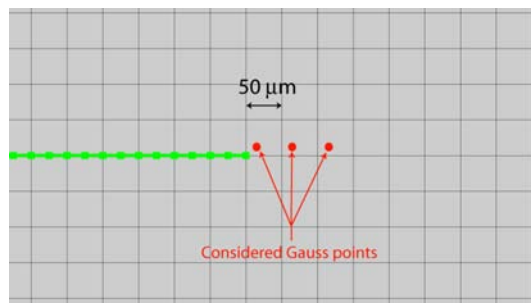


Figure 6.32: Schéma illustrant la position des points d'intégration considérés pour tracer les courbes de la figure 6.33.

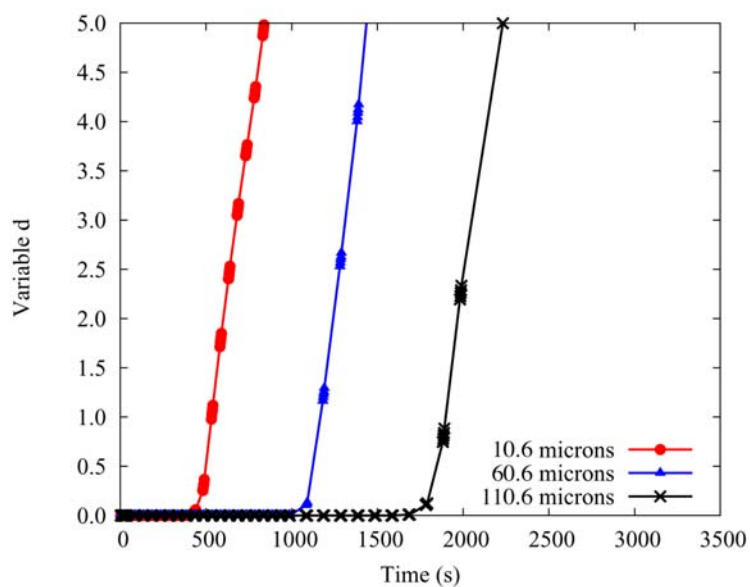


Figure 6.33: Evolution de la variable  $d$  en fonction du temps à trois points d'intégration le long du chemin de fissure, à des distances respectives de 10,6 ; 60,6 et 110,6  $\mu\text{m}$  (cf. figure 6.33). Maillage 50  $\mu\text{m}$ .

(essai 104H4A). La simulation révèle une propagation de fissure selon [110], comme pour les calculs sans temps de maintien. Ce résultat concorde avec les observations expérimentales du chemin de fissuration. En ce qui concerne la vitesse de propagation de fissure, on constate sur la figure 6.34 qu'elle est extrêmement proche de celle obtenue pour l'essai 104H4A (avant l'interruption de l'essai qui a induit un saut de vitesse). On a donc des résultats satisfaisants avec le jeu de paramètres présenté dans le tableau 6.5.

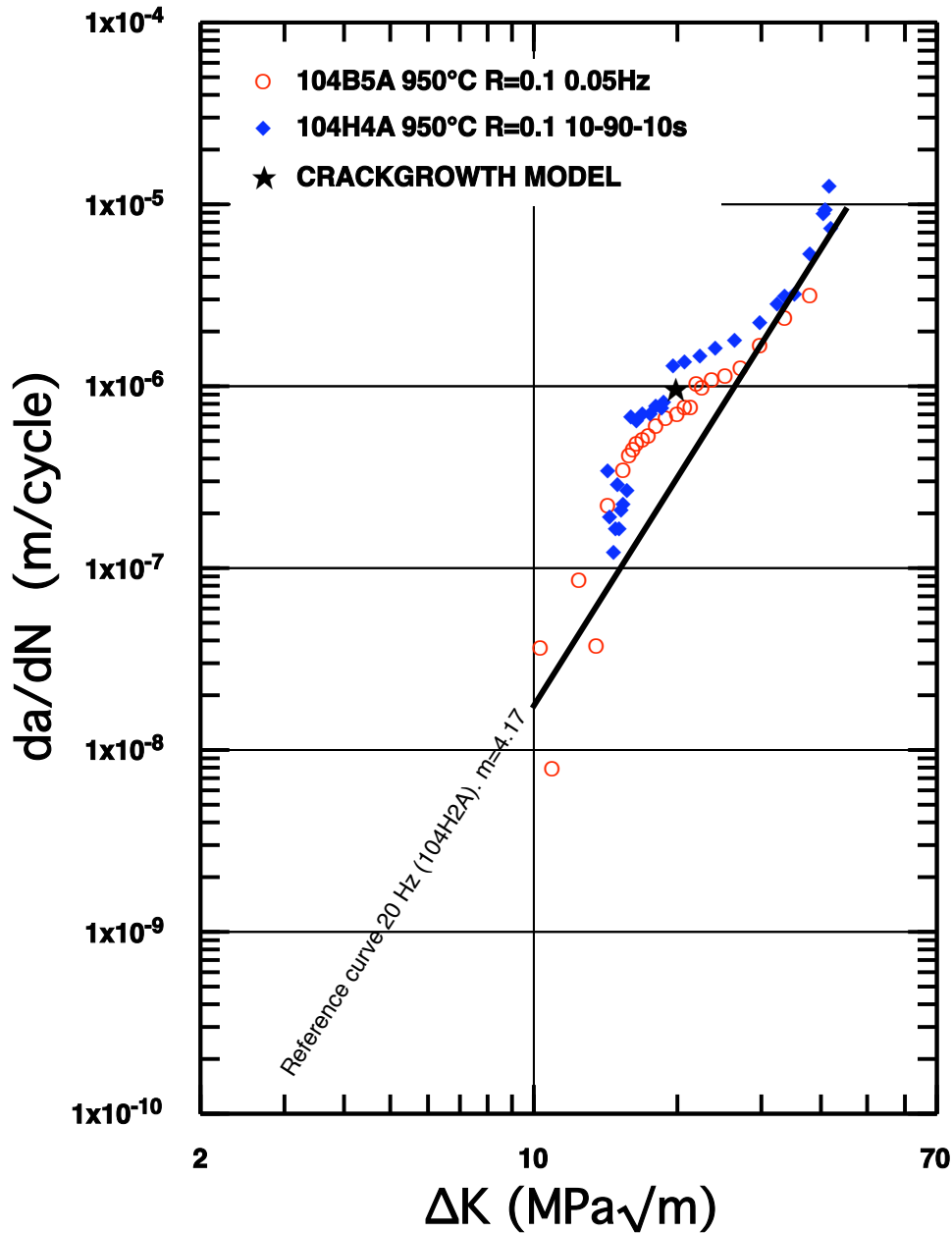


Figure 6.34: Comparaison entre les résultats expérimentaux et la vitesse de propagation de fissure calculée pour un chargement de fatigue-fluage à  $\Delta K = 20$  MPa $\cdot\sqrt{m}$ . Maillage 50  $\mu m$ .

### 6.3.4.6 Influence de la taille d'élément sur la propagation de fissure

On cherche maintenant à savoir quelle peut être l'influence de la taille d'élément sur la propagation de fissure. Va-t-elle modifier uniquement la vitesse ? la direction de propagation ? On effectue donc un calcul identique au calcul de référence ( $\Delta K = 40 \text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ,  $R = 0,1$ ,  $f = 0,1$  Hz, paramètres du tableau 6.5). La dépendance au maillage étant généralement double (dépendance à l'orientation du maillage et dépendance à la taille d'élément), on cherche ici à caractériser uniquement l'influence de la taille d'élément. L'orientation du maillage à la pointe de fissure est donc inchangée (éléments carrés) et seule la taille des éléments diffère : on choisit des éléments de  $5 \mu\text{m}$  car cela permet une bonne description du champ de contraintes et de déformations à la pointe de la fissure. Les résultats en termes de longueur de fissure sont illustrés sur les figures 6.35 et 6.36. On constate que le jeu de paramètres qui donnait une propagation de la fissure selon  $[110]$  donne cette fois une propagation selon deux fissures à  $\pm 55^\circ$  de  $[110]$ . On pourrait penser que l'endommagement est plus diffus que pour le calcul de référence, mais il faut voir que l'épaisseur de la fissure fait au plus 20 à  $25 \mu\text{m}$  (4 à 5 éléments de  $5 \mu\text{m}$ ), ce qui est de l'ordre de grandeur de ce que l'on obtenait avec le calcul de référence (25 à  $50 \mu\text{m}$ ). On constate aussi qu'après 8 cycles les éléments sont très distordus. D'ailleurs, le calcul ne converge plus après 9 cycles (ce qui coïncide aussi vraisemblablement avec le moment où la zone endommagée sort du maillage aux éléments carrés). Il faudrait donc mettre en place une procédure de remaillage automatique ce qui engendrerait un temps de calcul accru.

En ce qui concerne la vitesse de propagation, on constate qu'elle est nettement supérieure à celle qui avait été obtenue avec le maillage de  $50 \mu\text{m}$  : ici, après 8 cycles on a une extension de fissure d'environ 65-70 microns, ce qui correspond à une vitesse de propagation de  $8,5 \cdot 10^{-6}$  m/cycle. Avec le maillage de  $50 \mu\text{m}$  on avait une vitesse proche de  $5 \cdot 10^{-6}$  m/cycle. Bien sûr, il est assez délicat d'estimer une vitesse de propagation de fissure sur moins de 10 cycles, mais la différence est tout de même sensible.

Une étude plus poussée permet de mieux comprendre pourquoi la fissure propage à  $55^\circ$  et pas selon  $[110]$ . Initialement, nous pensions qu'il existait un rapport entre taille de zone plastique et taille d'élément qui aurait pu permettre de comprendre ce phénomène. Cependant, si l'on trace les isovaleurs du glissement instantané sur tous les systèmes octaédriques ( $\gamma_{oc} = \sum_{s=1}^{12} \gamma^s$ ), comme sur la figure 6.37, il semble que les tailles de zone plastique soient comparables. De plus, la taille de zone plastique est suffisamment importante pour englober plusieurs éléments du maillage de  $50 \mu\text{m}$ . Néanmoins, les champs de contraintes et de déformations peuvent être différents à l'intérieur de la zone plastique, lorsque l'on se rapproche de la pointe de fissure. Ainsi, si l'on se place par exemple sur une ligne à  $\simeq 55^\circ$ , qui correspond à la trace des super-systèmes activés pour cette orientation lorsque le comportement est plastique parfait, on peut tracer l'évolution du glissement octaédrique en fonction de la distance à la pointe de fissure. C'est ce qui est représenté sur la figure 6.38. On constate que la description du champ de déformation à moyenne distance est la même pour les deux tailles d'élément : pour les deux maillages, les tailles de zone plastique sont comparables : on atteint dans les deux cas  $\gamma_{oc} = 0,002$  à une distance de 0,2 mm de la pointe de fissure dans cette direction. C'est ce qui transparaissait sur la figure 6.37. La différence se fait principalement à proximité de la pointe de fissure : même si l'on a nécessairement moins de points sur la courbe avec le maillage de  $50 \mu\text{m}$ , il semble que l'utilisation du maillage fin permet une meilleure description du gradient de déformation à moins de  $100 \mu\text{m}$  de la pointe de fissure. On obtient notamment une valeur de glissement maximal plus élevée pour le maillage de  $5 \mu\text{m}$  que pour celui de  $50 \mu\text{m}$ .

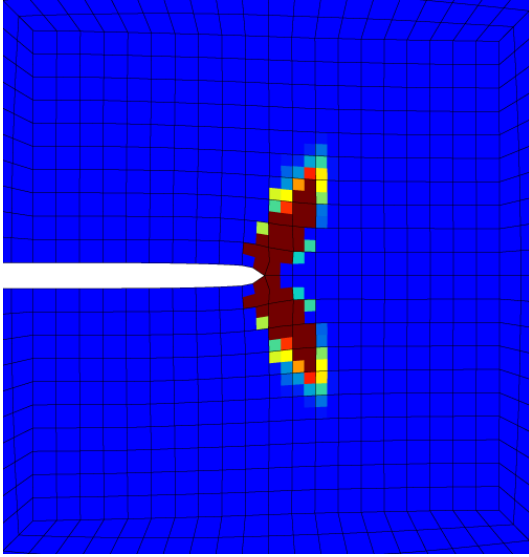


Figure 6.35: Propagation de fissure après 2 cycles obtenue avec un maillage de  $5\ \mu\text{m}$  à la pointe de fissure et les paramètres du tableau 6.5.

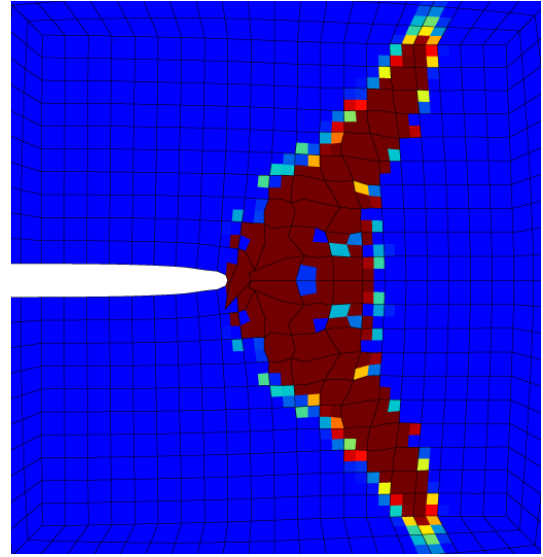


Figure 6.36: Propagation de fissure après 8 cycles obtenue avec un maillage de  $5\ \mu\text{m}$  à la pointe de fissure et les paramètres du tableau 6.5.

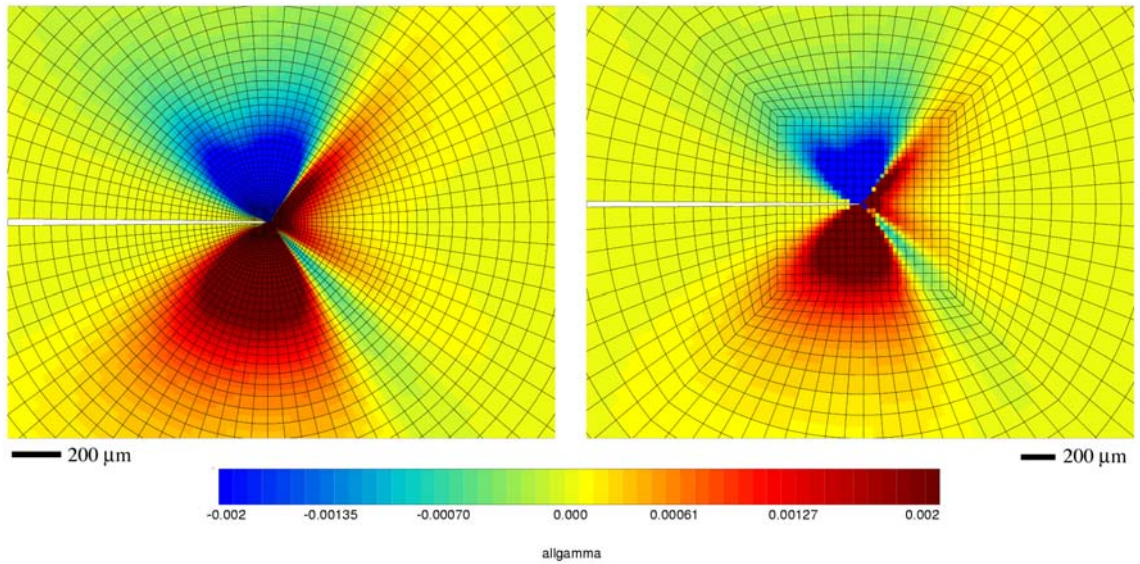


Figure 6.37: Comparaison des isovaleurs de la variable  $\sum_{s=1}^{12} \gamma^s$  à la charge maximale du premier cycle, pour le maillage de  $5\ \mu\text{m}$  (à gauche) et pour celui de  $50\ \mu\text{m}$  (à droite).  $\Delta K = 40\ \text{MPa}\cdot\sqrt{m}$ .

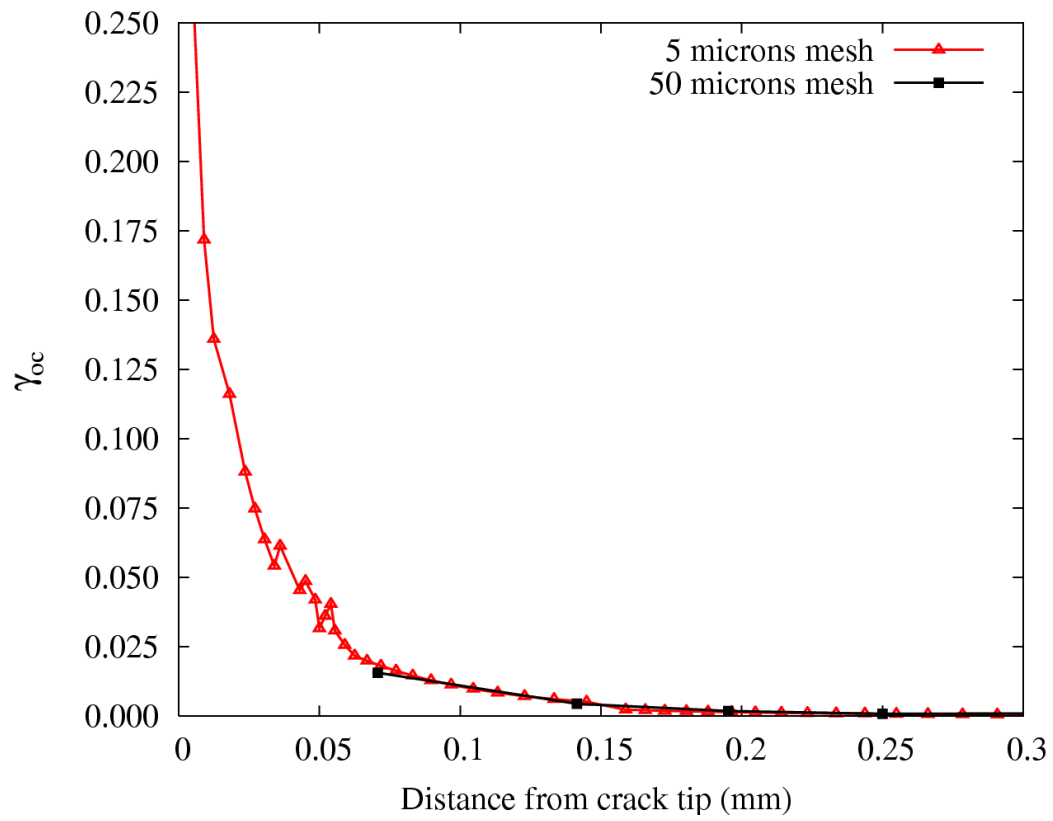


Figure 6.38: Evolution de la variable  $\gamma_{oc} = \sum_{s=1}^{12} \gamma^s$  en fonction de la distance à la pointe de fissure le long d'une ligne à  $55^\circ$  de  $[110]$ , pour les deux maillages étudiés. Les valeurs correspondent à l'instant où la charge est maximale durant le premier cycle.  $\Delta K = 40 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ .

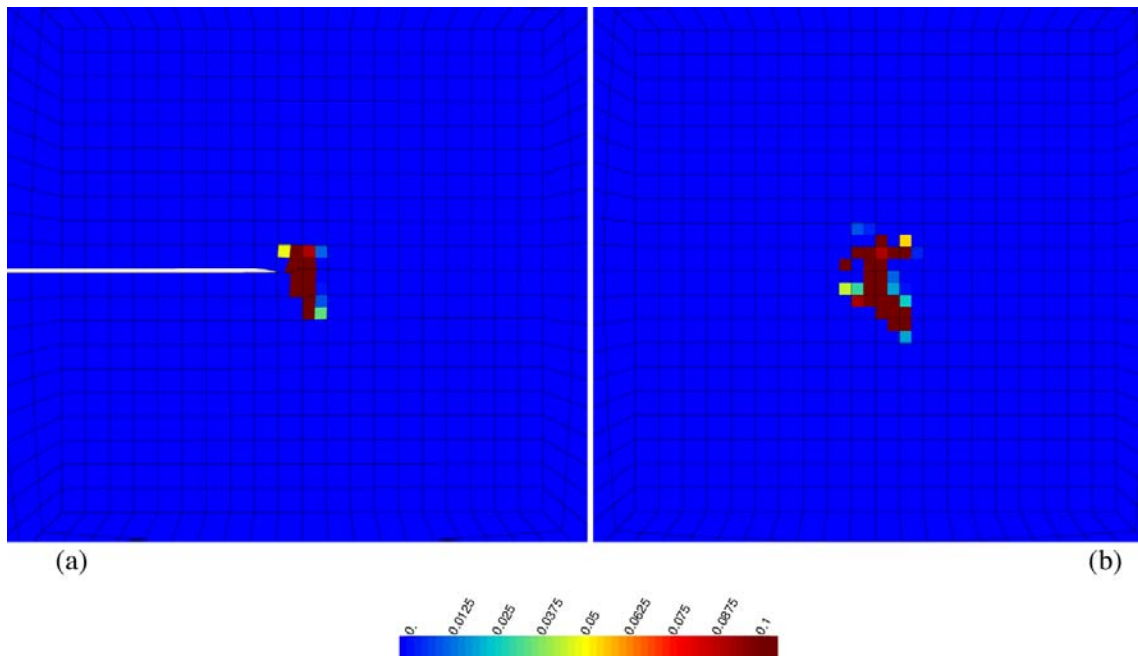


#### 6.3.4.7 Calcul avec prise en compte de tous les plans $\{111\}$ pour l'endommagement.

Comme nous l'avons mentionné, les calculs précédents ne prennent en compte que l'endommagement associé aux plans  $(111)$  et  $(11\bar{1})$ . Les systèmes d'accommodation sont identiques aux super-systèmes de glissement, dont les directions de glissement sont incluses dans le plan du maillage  $(1\bar{1}0)$ . Ceci se comprend car les observations expérimentales de bifurcation pour l'orientation de fissure  $\simeq (001)[110]$  montrent une propagation selon ces plans (figure 5.1, page 156, par exemple). Néanmoins cette approche est restrictive puisqu'on exclut les deux autres plans octaédriques  $(1\bar{1}\bar{1})$  et  $(\bar{1}11)$ . C'est pour cette raison que nous avons fait un calcul en définissant des systèmes d'endommagement associés aux quatre plans octaédriques. On a donc les douze systèmes d'endommagement suivants :

- $(111)[111]$  : système d'ouverture associé au plan  $(111)$ .
- $(111)[\bar{1}01]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(111)$ .
- $(111)[0\bar{1}1]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(111)$ .
- $(1\bar{1}1)[1\bar{1}1]$  : système d'ouverture associé au plan  $(1\bar{1}1)$ .
- $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(1\bar{1}1)$ .
- $(1\bar{1}1)[011]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(1\bar{1}1)$ .
- $(\bar{1}11)[\bar{1}11]$  : système d'ouverture associé au plan  $(\bar{1}11)$ .
- $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(\bar{1}11)$ .
- $(\bar{1}11)[101]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(\bar{1}11)$ .
- $(11\bar{1})[11\bar{1}]$  : système d'ouverture associé au plan  $(11\bar{1})$ .
- $(11\bar{1})[101]$  : système d'accommodation n°1 associé au plan  $(11\bar{1})$ .
- $(11\bar{1})[011]$  : système d'accommodation n°2 associé au plan  $(11\bar{1})$ .

Les valeurs des paramètres d'endommagement sont celles de notre jeu de référence (tableau 6.5). Dans ce cas, on obtient une propagation de fissure non symétrique (figure 6.39). La fissure croît d'abord vers le bas, puis une deuxième branche tend à apparaître en haut (figure 6.39, (b)). La fissuration est diffuse et ce phénomène s'accroît au point de rendre la convergence très lente puis impossible après 54 cycles. Il est donc difficile d'estimer la longueur de fissure. De plus, même si la fissure avait été "mesurable", la vitesse n'aurait probablement pas été la même que pour le calcul de référence en dépit de l'utilisation des paramètres du tableau 6.5, puisque le nombre de système d'endommagement n'est pas le même.



*Figure 6.39:* Propagation de fissure obtenue en définissant des systèmes d'endommagement associés à tous les plans  $\{111\}$ . Orientation de fissure  $\gamma(001)[110]$ ,  $\Delta K = 40 \text{ MPa}\cdot\sqrt{m}$ , maillage  $50 \mu\text{m}$ . (a) Après 23 cycles. (b) Après 54 cycles (vue du maillage non déformé). Paramètres du tableau 6.5.

## 6.4 Discussion et perspectives

Les deux modèles proposés correspondent à deux besoins différents dans le contexte actuel. On a vu qu'ils permettent des simulations de propagation de fissure satisfaisantes, bien que perfectibles. Nous essayons ici d'expliquer de quelle manière il serait possible d'améliorer les prévisions des modèles.

### 6.4.1 Modèle de post-traitement

On peut résumer les trois difficultés qui apparaissent à l'issue de nos simulations :

1. Le modèle ne prend pas en compte l'oxydation. Cela empêche de traduire certains phénomènes probablement imputables à l'oxydation : le décalage du seuil de fissuration et l'augmentation de vitesse de fissuration à basse fréquence pour les faibles  $\Delta K$  par exemple ;
2. En chargement de fatigue-fluage, la vitesse calculée pour  $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  est largement surestimée ;
3. Le modèle rend compte d'une différence exagérée de vitesse de fissuration entre les orientations cristallographiques  $\gamma(001)[100]$  et  $\gamma(001)[110]$ .

Nous présentons les évolutions qu'il semble intéressant d'étudier pour pallier à ces défauts, en les scindant en deux : celles liées à la formulation de l'équation d'endommagement et celles plus générales d'emploi du modèle.

#### 6.4.1.1 Evolutions souhaitables de l'équation d'endommagement

**Prise en compte de l'oxydation.** Le modèle ne prend pas en compte l'oxydation dans sa formulation actuelle. Rappelons que celle-ci a généralement deux effets principaux. Premièrement, elle influe sur la fermeture de fissure par croissance de l'oxyde sur les lèvres de la fissure. Deuxièmement, elle engendre parfois une fragilisation du matériau, comme nous l'avons montré au chapitre 5.

C'est au premier phénomène que l'on peut attribuer le décalage du seuil de propagation de fissure vers la droite observé à basse fréquence dans l'air (chapitre 3). A priori, il n'est pas simple de prendre en compte ce phénomène en considérant uniquement l'activation des systèmes de glissement à la pointe de fissure.

Le phénomène de fragilisation du matériau semble quant à lui exister en régime anisotherme, dans des conditions assez proches de celles qu'on a reproduites expérimentalement : exposition à haute température (950°C ou plus) suivie d'une sollicitation à basse température (650°C). Notons qu'il n'a pas nécessairement lieu en régime isotherme. Comme le propose (Koster *et al.*, 2002), il est possible de prendre en compte cette fragilisation en faisant par exemple décroître le coefficient  $\tau_{oct}$  (équation 6.4) avec le temps. Cela traduirait le fait que la contrainte à rupture locale du matériau diminue en raison de la fragilisation. Spatialement, on supposerait que la contrainte locale à rupture est homogène dans la process zone. Cela implique le choix d'une taille de process zone cohérente avec les tailles de zones fragilisées observées expérimentalement (de l'ordre de 70  $\mu m$  pour 300 heures d'exposition à 950°C). Cette formulation pourrait permettre de prendre en compte la propagation de la fissure plus rapide à faible fréquence sous air pour les petits  $\Delta K$ , c'est-à-dire lorsque les vitesses sont faibles et les temps d'exposition longs.

**Prise en compte de la partie irréversible du glissement.** Dans l'équation 6.4 que nous proposons actuellement, on prend en compte la totalité du glissement des systèmes,

c'est-à-dire que l'on cumule le glissement quel que soit son sens. On pourrait imaginer une équation qui ne prendrait en compte que la partie irréversible du glissement. On supposerait alors que c'est l'absence d'un retour complet du système qui crée l'endommagement et donc l'avancée de fissure. On reprend là l'idée apparue grâce aux observations expérimentales de BGP (chapitre 2). Cette idée est confortée par nos calculs de champs faits à la pointe de fissure (chapitre 4) qui montrent qu'il existe un phénomène de rochet local, précédemment mentionné par Flouriou (Flouriou *et al.*, 2003b).

**Prise en compte de la composante normale de la contrainte.** On peut noter que le modèle de post-traitement ne considère que le glissement sur les systèmes pour calculer l'avancée de fissure. C'est différent du modèle couplé dans lequel on autorise une ouverture normale au plan de glissement. Il pourrait être intéressant d'intégrer un effet de contrainte normale dans le modèle de propagation, comme c'est fait dans certains modèles de durée de vie (Gallerneau et Chaboche, 1999; Chaboche et Gallerneau, 2001) pour tenir compte de conditions de chargement complexes non symétriques.

### 6.4.1.2 Evolutions souhaitables dans la manière d'utiliser le modèle

**Choix de la taille de process zone.** Dans un premier temps, elle a été choisie égale à la taille d'élément pour tester le modèle. Ce choix doit maintenant être reconsidéré. Il faudrait étudier le rôle de la taille de process zone, en choisissant dans un premier temps la taille de process zone égale à la taille moyenne de dendrite secondaire, soit  $100\ \mu\text{m}$ , comme cela a été proposé par Rémy et Koster (Koster *et al.*, 2002). On pourrait dans ce cas considérer un volume de matière plus grand et donc plus représentatif des phénomènes qui interviennent. La taille d'élément devrait être si possible maintenue égale à  $5\ \mu\text{m}$  afin d'avoir un calcul précis des champs mécaniques en pointe de fissure. L'inconvénient est bien entendu une augmentation du nombre d'éléments du maillage, ce qui accroît à la fois le temps de calcul et les besoins de stockage.

**Prise en compte de l'histoire de chargement.** Nos simulations par éléments finis sont faites en partant d'un matériau supposé initialement vierge, ce qui n'est pas strictement conforme à la réalité expérimentale. Même si l'on admet que la préfissuration (avec une charge décroissante jusqu'à l'arrêt de la fissure) a un impact négligeable, on ne peut cependant pas ignorer la propagation de fissure durant l'essai de fissuration proprement dit. Par exemple, un chargement à  $\Delta K = 20\ \text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  correspond à une propagation de fissure de quelques millimètres (environ 6) depuis le début de l'essai de fissuration, qui commence à  $\Delta K \simeq 10\ \text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ . Cette histoire de chargement a deux conséquences dont on ne tient pas compte dans la simulation : premièrement, une traînée plastique est créée. Elle va influencer sur la propagation de fissure (via la fermeture de fissure induite par la plasticité par exemple). Deuxièmement, les systèmes de glissement à la pointe de fissure ont déjà été activés. En raison de l'écrouissage cinématique, leur comportement ne va pas être le même que celui que l'on observe à la première sollicitation. Une étude de propagation de fissure par relâchement de noeuds est présentée en annexe C. On y observe qu'un chargement décroissant analogue à celui appliqué en préfissuration modifie l'activation des systèmes de glissement pendant une traction postérieure. Néanmoins, il convient de noter qu'on n'a pas fait de sollicitations cycliques, mais seulement une traction, ce qui est différent. Ce type de calcul est très délicat à réaliser car il faut faire une reprise de calcul avant la sollicitation monotone, en modifiant le chargement. Cela peut provoquer parfois une divergence du calcul. Une étude complémentaire considérant une sollicitation cyclique à la fin de la préfissuration serait intéressante.

De plus, la première sollicitation que nous simulons est plus intense que les suivantes. A la première traction, on passe de 0 à  $P_{max}$ , au lieu de passer de  $P_{min}$  à  $P_{max}$ . Ceci et le fait que les systèmes n'aient jamais été activés auparavant explique pourquoi le modèle prédit un endommagement important au premier cycle. Si le rapport de charge vaut 0,1 et si la charge n'est pas très importante, ce n'est pas très grave. Par contre, pour  $R = 0,7$  par exemple, l'erreur peut devenir grande. On peut se demander si il est pertinent de prendre en compte l'avancée de fissure calculée pour le premier cycle. On considère alors une vitesse tangente plutôt qu'une vitesse sécante (coefficient directeur des droites des figures 6.4 et 6.7). Quantitativement, les différences de vitesse ne sont pas très importantes : pour l'orientation  $\gamma(001)[100]$  (figure 6.4), on obtient pour  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  une vitesse de propagation de  $1,94 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$  par la méthode tangente, contre  $2,19 \cdot 10^{-7} \text{ m/cycle}$  par la méthode sécante, soit environ 11 % de moins. Pour  $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , la vitesse de propagation de fissure vaut  $1,43 \cdot 10^{-6} \text{ m/cycle}$  en excluant le premier cycle, contre  $2,19 \cdot 10^{-6} \text{ m/cycle}$  en utilisant la méthode sécante. C'est environ 35 % plus faible, ce qui est négligeable par rapport aux fluctuations habituellement observées expérimentalement en propagation de fissure à cette température. Pour conclure, on peut dire qu'il serait judicieux d'analyser plus précisément l'influence de la préfissuration en faisant une simulation du même type que celle présentée en annexe C, mais suivie d'un chargement cyclique de fissuration. La préfissuration devrait se terminer avec une charge  $P_{min}$  correspondant à la charge de départ de la partie fissuration, ce qui éviterait l'inexactitude qui vient d'être mentionnée.

**Tests du modèle pour différentes longueurs de fissure initiale.** Comme nous l'avons déjà expliqué, les calculs par éléments finis sur une fissure statique sont réalisés avec la même longueur de fissure initiale quel que soit le facteur d'intensité des contraintes recherché. Ceci n'est vrai qu'au premier ordre, c'est-à-dire si l'on néglige l'importance du terme non singulier  $T$  (Larsson et Carlsson, 1973; Rice, 1974). Il faudrait donc analyser son influence par une étude systématique, dans le cadre de futurs travaux.

## 6.4.2 Modèle d'endommagement continu

Les résultats présentés dans ce chapitre laissent penser que le modèle est prometteur. Néanmoins, de nombreuses améliorations doivent y être apportées afin d'en faire un outil réellement prédictif, a fortiori si l'on veut qu'il soit utilisable à moyen terme en bureau des méthodes. On s'intéresse d'abord ici aux capacités du modèle puis aux évolutions nécessaires.

### 6.4.2.1 Capacités du modèle

**Capacité à prédire un chemin de fissuration quelconque ?** Les simulations que nous avons présentées montrent qu'il est possible de simuler un chemin de fissuration droit, ou bien représentant une bifurcation initiale symétrique de la fissure suivant deux plans à environ  $55^\circ$ . On peut se poser les questions suivantes : le modèle est-il capable de ne prévoir qu'une bifurcation initiale ? symétrique ? Pour ce qui est de la bifurcation après une propagation rectiligne, nous n'en avons pas observé. Mais en raison des temps de calcul très longs (une à trois semaines) et des problèmes de maillage, nous n'avons pas simulé de progression de fissure supérieure à 0,6 mm. Il se pourrait qu'une bifurcation intervienne pour une longueur de fissure plus grande. Dans le cas d'une bifurcation initiale symétrique, nous n'avons pas non plus constaté de tendance à "rebifurquer", c'est-à-dire une situation dans laquelle la fissure changerait de direction de propagation. On peut imaginer qu'une telle situation soit possible pour des fissures s'étant propagées sur des longueurs plus grandes. En ce qui concerne la

symétrie de la bifurcation, le résultat obtenu en prenant en compte tous les systèmes octaédriques comme systèmes d'endommagement (section 6.3.4.7) montre qu'une propagation de fissure non symétrique est possible.

Bien que nous ayons montré l'influence de plusieurs paramètres, il est difficile de répondre à toutes ces questions car on n'a pas encore compris quelle est la raison pour laquelle une fissure va se propager droit ou va bifurquer (rôle des valeurs des paramètres, de la taille d'élément, etc.). Le modèle a pu être développé dans le cadre de la thèse, et on a réussi sous certaines conditions (taille d'élément, orientation cristallographique fixée) à obtenir des résultats satisfaisants. Néanmoins, une compréhension approfondie de son fonctionnement est nécessaire et elle demandera un travail très important en raison du nombre de phénomènes qui interviennent et interagissent.

**Adaptation à des orientations cristallographiques quelconques ?** Nos simulations ne concernaient que l'orientation  $\gamma(001)[110]$  car c'est celle qui présente la structure de bandes de localisation de la déformation la plus simple en déformations planes. Cela nous a notamment permis de simplifier le modèle en ne tenant compte que des super systèmes. On voit que les résultats diffèrent si les systèmes introduits sont différents (section 6.3.4.7 par exemple). Dans le cas d'une orientation  $\gamma(001)[110]$  ou  $\gamma(111)[11\bar{2}]$ , il faudra nécessairement tenir compte de tous les systèmes octaédriques (voire cubiques) à cause de la nature complexe des structures de localisation. De même, ne pas faire de simulation tridimensionnelle pourrait fausser de manière importante le résultat. En effet, comme le montre Flouriot (Flouriot *et al.*, 2003a; Flouriot, 2004), l'activité des systèmes de glissement n'est pas du tout la même en surface d'une éprouvette et à coeur.

### 6.4.2.2 Evolutions nécessaires

Si l'on a pour objectif de réaliser des calculs de propagation de fissure sur une longueur de quelques millimètres, il faut résoudre plusieurs problèmes : temps de calcul, distortion des éléments, et son corollaire, la dépendance au maillage.

**Le temps de calcul.** Actuellement, l'intégration temporelle de la loi de comportement est faite grâce à une méthode explicite (Runge-Kutta du deuxième ordre). Afin d'obtenir un résultat correct, le critère de convergence est petit ( $10^{-5}$ ). La convergence nécessite donc des pas de temps petits et malgré cela le modèle converge parfois difficilement. Il paraît donc nécessaire d'implanter la loi de manière à pouvoir l'intégrer avec une méthode semi-implicite. En raison de la complexité du modèle, le calcul de la matrice tangente consistante est difficile.

**Remaillage.** Après de nombreux cycles, les éléments endommagés se déforment fortement. C'est particulièrement vrai si la propagation n'est pas dans le plan de fissure initial. Les éléments ont alors une forme incongrue qui non seulement perturbe la visualisation de la fissure, mais limite aussi la vitesse de convergence. Il est donc nécessaire d'effectuer un remaillage périodique (par exemple, (Pedersen, 1998)). C'est d'ailleurs ce qui a permis aux auteurs qui ont effectué des simulations de propagation de fissure par émoussement plastique ("plastic blunting and resharping") de dépasser 2 cycles en grandes déformations (Gu et Ritchie, 1999), pour en simuler des centaines dans les derniers travaux (Tvergaard, 2006). L'adaptation de cette technique au problème qui nous concerne doit être réalisé en veillant bien à ce que les erreurs qui apparaissent lors des transferts de champs successifs ne deviennent pas excessives. C'est particulièrement vrai dans le cas d'une fissure car les gradients de contraintes

et de déformation sont grands en pointe de fissure.

**Dépendance au maillage.** Les méthodes de remaillage automatique font généralement appel à un système de maillage libre dans une zone. Les éléments ont donc des formes et des tailles variables, ce qui pose un problème dans le cas de l'endommagement. En effet, la localisation du dommage entraîne une forte dépendance au maillage (type, taille et orientation des éléments). Sans se limiter au cas du remaillage, il est important d'avoir une solution qui ne dépende pas de la discrétisation spatiale choisie, ne serait-ce que pour l'étude d'une aube de turbine. Des techniques de modélisation non locale permettent de s'affranchir de la dépendance au maillage. Il en existe plusieurs, parmi lesquelles l'utilisation de la mécanique des milieux continus généralisée (milieux micromorphes (Forest, 1996; Forest, 2006)), et la régularisation spatiale des variables d'état (Lorentz, 1999). Une bonne synthèse de ces deux approches est disponible dans (Besson *et al.*, 2004). L'inconvénient de l'emploi de telles méthodes est qu'elles ralentissent généralement les calculs. Leur implantation dans le code de calcul en version à intégration semi-implicite est de surcroît complexe.

## 6.5 Conclusions du chapitre 6

Dans ce chapitre, nous avons exposé les deux voies suivies pour simuler la propagation de fissure. Si deux modèles ont été proposés, c'est pour répondre à deux impératifs :

1. Fournir aux industriels un outil d'estimation du risque que représente une fissure dans la structure. Ceci signifie que l'outil numérique doit être rapide et avoir une capacité prédictive correcte. Nous avons donc proposé un modèle de post-traitement de calcul sur une fissure statique soumise à un chargement cyclique.
2. Avoir à terme un modèle capable de décrire non seulement la vitesse de propagation d'une fissure, mais aussi son chemin de fissuration. C'est nécessaire pour savoir si elle risque d'atteindre des zones critiques ou si au contraire elle s'arrêtera. Nous avons par conséquent proposé un modèle d'endommagement continu cristallographique, couplé à la plasticité.

Les paramètres de chacun des deux modèles ont été identifiés sur des résultats expérimentaux (chapitre 3). On a alors estimé leur capacité prédictive en testant d'autres orientations de fissure ou d'autres conditions de chargement. Dans la majeure partie des cas les résultats sont satisfaisants. Le modèle de post-traitement est capable d'estimer la vitesse de propagation qu'aurait la fissure en fonction de son orientation cristallographique ou de la forme de cycle. Le modèle d'endommagement continu est quant à lui capable de simuler une propagation de fissure droite ou bien caractérisée par une bifurcation initiale, et ce avec des vitesses tout à fait conformes à celles observées expérimentalement.

Néanmoins, les deux modèles proposés sont pris en défaut dans plusieurs situations pour lesquelles certains mécanismes interviennent mais n'ont pas été pris en compte dans les équations pour l'instant. Ces cas sont expliqués et ont fait l'objet de propositions d'améliorations. Une part importante du chapitre est aussi consacrée à la compréhension des paramètres qui régissent le comportement du modèle d'endommagement continu.

A court terme, le modèle de post-traitement peut vraisemblablement être adapté pour répondre aux besoins industriels. Le modèle d'endommagement continu est plus prometteur mais il demandera des efforts très importants avant de pouvoir être employé couramment, ce qui implique notamment une diminution drastique du temps de calcul.





# Conclusion générale et perspectives

Nous résumons ici le travail effectué et proposons des voies pour les recherches futures.

## Bilan du travail effectué

Dans ce mémoire de thèse, j'ai cherché à montrer comment on pouvait obtenir des modèles de propagation de fissure dans les superalliages monocristallins en partant du comportement mécanique du matériau à haute température. Pour améliorer les prédictions de durée de vie des structures monocristallines, il est nécessaire de considérer la phase de propagation des fissures courtes, ce qui implique de considérer de nombreux phénomènes, qui ont donc été étudiés durant cette thèse.

Nous avons donc montré (chapitre 2) qu'il est possible de décrire de manière satisfaisante le comportement du PWA1483 à 950°C pour des conditions de chargement variées grâce à un modèle cristallographique à 7 paramètres (Méric *et al.*, 1991). L'introduction d'un terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique non linéaire a été nécessaire pour décrire correctement la relaxation des contraintes lors des temps de maintien.

Parallèlement à cette identification des paramètres d'une loi de comportement, nous avons caractérisé expérimentalement la propagation de fissure dans le PWA1483 et l'AM1 bas soufre. L'influence de plusieurs paramètres a été étudiée : orientation cristallographique, fréquence de chargement, forme du cycle de chargement, rôle de l'environnement. Il apparaît ainsi que la propagation des fissures dans le PWA1483 est peu sensible à l'orientation de fissure, que ce soit à haute ou à basse fréquence en fatigue. L'introduction d'un temps de maintien en traction accroît peu la vitesse de propagation de fissure, sauf lorsque le rapport de charge est élevé et que l'on dépasse un seuil de  $\Delta K$ . Par ailleurs, nous avons aussi constaté que l'effet de l'environnement n'est pas très marqué : en fatigue à basse fréquence, les vitesses de propagation de fissure dans l'air et dans le vide sont très proches. Cependant, j'ai observé dans l'air en fatigue à basse fréquence un décalage du seuil de propagation de fissure par rapport aux hautes fréquences, qui est classiquement attribué à la fermeture induite par l'oxydation. Cette observation semble confirmée par la disparition du seuil de propagation de fissure dans le vide, même pour un rapport de charge de 0,1. En ce qui concerne l'AM1 bas soufre, seul les essais en fatigue à basse fréquence dans l'air et dans le vide ont pu être terminés. Les essais de fatigue-fluage dans l'air et dans le vide sont extrêmement longs (plus de 2 mois par essai). Nous avons donc pu mettre en évidence une propagation de fissure légèrement plus lente dans l'air que dans le vide, ce qui avait déjà été constaté par Fleury (Fleury, 1991) sur l'AM1 standard, et pourrait s'expliquer par une fermeture de fissure induite par l'oxydation à ce faible rapport de charge. Grâce à un résultat expérimental de l'ONERA à haute fréquence dans l'air, nous avons montré que la propagation de fissure à basse fréquence dans l'air est plus rapide qu'à haute fréquence. Ces résultats expérimentaux sont importants car ils permettent de comprendre le comportement des alliages en fissuration et d'obtenir des courbes

de référence pour calibrer les modèles.

Si l'on veut obtenir des modèles de durée de vie plus prédictifs, il est nécessaire de s'intéresser aux sollicitations anisothermes. Plusieurs auteurs (dont Fleury pour l'AM1 standard) ont montré qu'une exposition dans l'air à haute température suivie d'un cyclage à moyenne température avait pour conséquence une propagation de fissure très rapide sur quelques dizaines de microns. Nous avons réussi à reproduire ce phénomène sur le PWA1483 et l'AM1 bas soufre. La mesure des longueurs fragilisées sur le PWA1483 a montré que la cinétique suit une loi en  $t^{1/4}$  (pour  $t = 300\text{h}$ ,  $l_f = 70\text{ }\mu\text{m}$  et pour  $t = 1200\text{h}$ ,  $l_f = 90\text{ }\mu\text{m}$ ), ce qui est classique pour ce type d'endommagement. Pour l'AM1 bas soufre, la mesure de la zone fragilisée montre qu'elle est d'une taille comparable à celles que Fleury a observées sur l'AM1 standard. Les mesures par microsonde et les observations au microscope électronique ont révélé que la longueur massivement oxydée n'excède pas  $3\text{ }\mu\text{m}$  à la pointe de la fissure. Le mécanisme de fragilisation n'a pas pu être mis en évidence avec les instruments de mesure à notre disposition, mais il semble qu'il se situe à une échelle nanométrique. Cette fragilisation est un phénomène encore mal connu qui devrait cependant être pris en compte dans la modélisation de la propagation de fissure en régime anisotherme. Dans le cadre de ce travail de thèse, nous nous sommes restreints à la modélisation isotherme de la propagation de fissure. Il n'a pas été prouvé que ce phénomène se produise en conditions isothermes à  $950^\circ\text{C}$ , c'est pourquoi nous ne l'avons pas pris en compte dans nos modélisations par l'approche locale. Néanmoins, la formulation des modèles permet de le faire lorsque nous aurons une meilleure compréhension de la fragilisation.

Le choix de l'approche locale pour la modélisation de la propagation de fissure en fatigue doit assurer une plus grande capacité de prévision aux modèles. La loi de comportement cristallographique ayant été identifiée avec précaution, il est alors possible de simuler l'activation des systèmes de glissement à la pointe de la fissure. C'est en s'appuyant sur l'activité des systèmes de glissement à proximité de la pointe de fissure que l'on veut modéliser la propagation de fissure. C'est pourquoi nous présentons des résultats de simulation du glissement qui peut être observé à la pointe d'une fissure sollicitée en fatigue-fluage. J'ai notamment montré que le glissement est intense notamment sur certains systèmes octaédriques à la pointe de la fissure. Sur ces systèmes, il existe un phénomène de rochet local qui tend à se stabiliser avec le nombre de cycles, que le chargement soit de la fatigue pure ou de la fatigue avec temps de maintien. On constate aussi que le premier cycle joue un rôle prépondérant sur la réponse locale du matériau. Enfin, les temps de maintien sont importants car ils augmentent le glissement sur ces systèmes tout en permettant une relaxation plus importante de la cis-sion résolue. Cet exemple est une illustration des mécanismes complexes qui se produisent à la pointe de la fissure lorsque le comportement est viscoplastique : certains des 18 systèmes commencent à glisser, puis s'arrêtent, et ce sont d'autres systèmes qui se mettent à glisser, ou bien les mêmes mais dans des zones différentes.

Il est possible de tenir compte de ces évolutions pour modéliser la propagation de fissure. C'est une adaptation originale de la méthode de l'approche locale de la rupture à la propagation de fissure en fatigue dans un monocristal. Dans ce cadre, deux modèles ont été développés. Ils correspondent à deux besoins complémentaires : estimer rapidement la vitesse de propagation d'une fissure et décrire le chemin de fissuration. Le modèle de post-traitement donne une estimation correcte de la vitesse de fissure malgré sa simplicité. Il permet de décrire l'effet limité de l'orientation cristallographique et il a aussi été validé en fatigue-fluage pour une valeur modérée de  $\Delta K$  ( $20\text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ). Néanmoins, il présente un écart trop important avec les mesures expérimentales pour les niveaux de chargement plus grands. Le modèle de mécanique de l'endommagement modélise un dommage volumique associé aux plans  $\{111\}$  et couplé à la plasticité. Pour la première fois, nous avons été capables de décrire un chemin

de fissure droit, ou une bifurcation initiale symétrique, ou encore une direction de propagation quelconque si tous les plans octaédriques sont pris en compte. J'ai identifié un jeu de paramètres qui permet de prévoir un chemin de fissuration conforme aux observations expérimentales (droit) et des vitesses en très bon accord avec les mesures, pour deux niveaux de  $\Delta K$  sur l'orientation  $\gamma(001)[110]$ . Le modèle peut aussi estimer de manière très satisfaisante la vitesse de propagation de fissure en fatigue-fluage à  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$ . Néanmoins, les modèles devront être testés dans des conditions beaucoup plus variées pour être appliqués concrètement aux calculs de durée de vie.

## Perspectives

### Caractérisation expérimentale de la propagation de fissure

Les nombreux essais de fissuration réalisés ont permis de mettre en évidence plusieurs phénomènes. Néanmoins, quelques essais complémentaires permettraient d'approfondir notre compréhension du comportement en fissuration du PWA1483 et de l'AM1 bas soufre. La différence d'exposant de Paris observée à haute fréquence dans l'air sur le PWA1483 orienté  $\gamma(111)[11\bar{2}]$  devrait être confirmée à basse fréquence dans l'air, ce qui permettrait aussi de savoir si l'effet de la fréquence en fatigue est le même pour cette orientation que pour les deux autres. En ce qui concerne les effets d'environnement et de forme de cycle, un essai sous vide en fatigue-fluage sur l'orientation  $\gamma(001)[100]$  (essai 104H7A) devrait nous permettre de voir si l'environnement joue un rôle lorsqu'il y a du fluage, alors qu'il n'a que très peu d'effet en fatigue à basse fréquence. Cet essai devrait bientôt s'achever. Enfin, pour pouvoir comparer directement la simulation réalisée sur l'orientation  $\gamma(001)[110]$  avec le modèle couplé, il faut un essai de fatigue-fluage sur cette orientation.

Pour l'AM1 bas soufre, deux essais en fatigue-fluage, sous air (éprouvette X6748B3) et sous vide (éprouvette X6748D2), devraient permettre d'obtenir des informations complémentaires sur le comportement dépendant du temps et sur l'influence de l'environnement. L'essai sous vide X6748D2 vient de se terminer mais les résultats n'ont pas pu être intégrés dans le manuscrit. Quant à l'essai sous vide, il est toujours en cours.

### Fragilisation à la pointe de fissure

Les résultats présentés au chapitre 4 montrent que la fragilisation n'est pas due à une oxydation massive du matériau à la pointe de fissure, mais probablement à un mécanisme à une échelle nanométrique. Des mesures avec des moyens expérimentaux permettant d'accéder à ce mécanisme sont nécessaires : SIMS, électrons Auger, etc. Une étude plus approfondie de ce mécanisme est importante car il est possible qu'il affecte la durée de vie en fatigue thermomécanique d'une façon significative. Une étude expérimentale sur cet aspect anisotherme est d'ailleurs indissociable de l'analyse des mécanismes. On peut imaginer par exemple des cycles anisothermes avec un long temps de maintien à haute température sans charge, ou bien des essais de fragilisation comme ceux que nous avons réalisés, mais avec une température de fissuration finale plus proche de la température d'exposition de longue durée.

### Simulations de propagation de fissure

Dans ce travail, nous avons développé deux nouveaux modèles qui permettent de prévoir la propagation de fissure dans plusieurs conditions. Néanmoins, leur application aux prévisions de durée de vie ne pourra être faite que si deux aspects sont traités :

- Les modèles doivent être validés dans des conditions beaucoup plus variées (large plage de  $\Delta K$ , fréquences variées, différents rapports de charge en fatigue-fluage, différentes orientations de fissure, etc.). Cela nécessitera vraisemblablement des modifications dans le modèle.
- Les modèles doivent être capables de calculer la propagation de fissure dans des conditions anisothermes, ce qui nécessite une identification à plusieurs températures.

Le rôle de l'oxydation sur la propagation de fissure dans le PWA1483 n'apparaît pas très clairement dans les résultats d'essais. C'est principalement pour cette raison que ce phénomène n'a pas été modélisé. Il semble cependant que l'environnement joue un rôle très important dans la propagation de fissure, avec, suivant les conditions, des effets antagonistes. Il conviendra de bien comprendre et modéliser ces effets pour obtenir de bonnes estimations de la propagation de fissure dans des conditions complexes.

Pour le modèle de post-traitement, il est nécessaire de le faire évoluer sur certains aspects spécifiques liés à son principe (post-traitement et utilisation d'une process zone) :

- L'histoire de la fissuration (trainée plastique + activation des systèmes à la pointe de la fissure) devra sans doute être prise en compte. Comme il est très lourd de réaliser une simulation par éléments finis de la propagation de fissure avant d'appliquer le post-traitement, il faudra modifier l'équation d'endommagement pour tenir compte de ces deux phénomènes.
- Après cette étape de création du modèle, il est nécessaire de comprendre en détails le rôle de la taille de process zone. En se fixant une taille d'éléments de  $5\text{ }\mu\text{m}$  pour avoir une bonne discrétisation des champs mécaniques, on pourrait étudier des tailles de process zone de 50 ou  $100\text{ }\mu\text{m}$ , qui engloberaient un volume de matière plus représentatif que celui considéré jusqu'à présent. Dans ce cas, un couplage avec l'endommagement serait vraisemblablement nécessaire.

Le modèle couplé est très prometteur, mais de nombreux efforts vont devoir être déployés avant de le voir fonctionner d'une manière efficace. En plus de l'évolution du modèle pour tenir compte de l'oxydation ou de la fragilisation, des aspects spécifiques apparaissent :

- Simulation d'orientations de fissure quelconques : nous avons montré qu'il est nécessaire de prendre en compte tous les plans  $\{111\}$  pour l'endommagement, mais que cela génère parfois des résultats surprenants. Pour des orientations de fissures autres que  $\gamma(001)[110]$ , les simplifications que nous avons faites en 2D grâce aux super-systèmes ne sont plus possibles. Il sera donc probablement nécessaire de faire des simulations 3D à terme afin de prendre en compte la différence d'activité des systèmes de glissement à cœur ou en surface montrée par Flouriot (Flouriot *et al.*, 2003a; Flouriot, 2004).
- Chemin de fissuration quelconque : les simulations que j'ai faites montrent qu'il est possible d'avoir différents chemins de fissuration avec ce modèle. Dans ces phases de test, j'ai considéré une orientation idéale de la fissure (ce qui est justifié par la très faible désorientation de nos éprouvettes CT). Il serait très intéressant d'introduire une légère dissymétrie pour voir si le début de propagation est dissymétrique, et ce qu'il advient ensuite.
- Dépendance au maillage : c'est un phénomène d'une grande importance comme nous l'avons montré. Il peut changer aussi bien la vitesse que la direction de propagation de fissure. Dans la perspective de propagation d'une fissure dans une aube, le maillage n'étant pas homogène, il sera nécessaire d'utiliser une méthode de régularisation. C'est d'autant plus nécessaire que l'endommagement a tendance dans le cas contraire à se localiser dans quelques éléments.

- Remaillage : la distorsion importante des éléments endommagés nécessite de remailler après plusieurs cycles. Il faudra alors introduire une surface de fissure suivant les éléments cassés, et y associer une condition aux limites permettant de gérer la fermeture de fissure.
- Diminution des temps de calcul : si l'on rend possible la propagation de fissure sur une longueur assez grande, de nombreux cycles doivent être calculés. L'intégration actuelle par une méthode de Runge-Kutta est trop lente pour simuler des centaines ou des milliers de cycles. Des gains substantiels peuvent être espérés en utilisant une  $\theta$ -méthode. Néanmoins l'implantation sous cette forme est complexe et ne pourra vraisemblablement être réalisée que lorsqu'une première version finalisée sortira.

Ainsi, nous avons montré dans ce mémoire qu'il est possible de simuler de manière satisfaisante la propagation de fissure dans les superalliages monocristallins. C'est la première fois qu'une telle modélisation est réalisée. Il s'agit d'une nouvelle étape dans le développement des futures méthodes de conception et de dimensionnement des aubes de turbine. Des modèles de durée de vie capables de simuler l'amorçage des fissures et leur propagation dans des conditions représentatives de la réalité permettent d'envisager au XXI<sup>ème</sup> siècle une diminution des coûts de maintenance, une augmentation de la puissance spécifique, un allègement de la consommation de carburant, avec à la clé une réduction des rejets polluants.



## Annexe A

# Compléments sur les lois de comportement utilisées

Cette annexe apporte des précisions et des renseignements complémentaires sur le chapitre 2. On explique notamment comment on passe des angles  $(\theta, \rho)$  obtenus par cliché de Laue aux directions cristallographiques nécessaires à Z-Set. On y montre aussi les résultats de l'identification d'Hanriot (Hanriot, 1993) sur l'AM1 standard orienté  $\langle 111 \rangle$ . Enfin, on présente l'identification de la loi de comportement du PWA1483 réalisée pour la température de 750°C par Laurent Bucher.

### Calcul de la position du repère cristallographique

Les angles  $\theta$  et  $\rho$  ont été calculés par Michael Toullos (Université de Technologie d'Athènes) dans le cadre du projet SOCRAX. Ils sont issus des clichés de Laue effectués par Howmet Castings, le fondeur des plaques de PWA1483. La définition de ces angles est donnée sur la figure A.1.

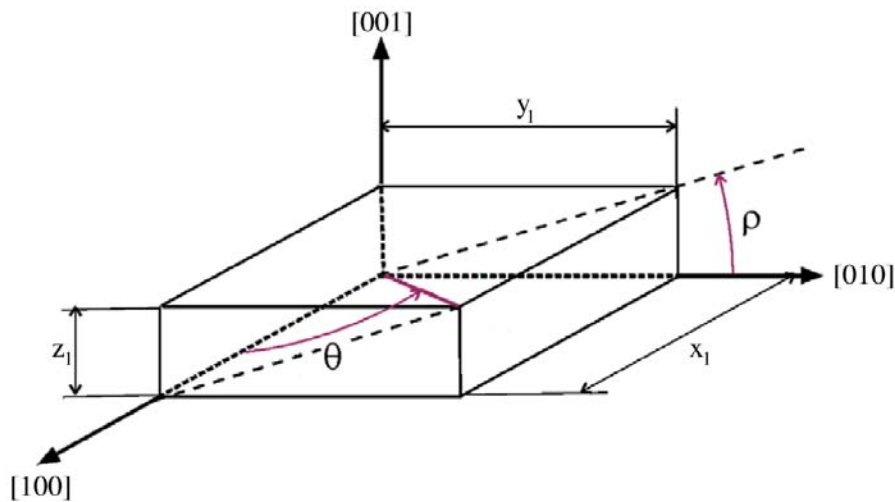


Figure A.1: Significations des angles  $\theta$  et  $\rho$  utilisés pour caractériser la direction de sollicitation par rapport au repère cristallographique.

On peut passer de  $(\theta, \rho)$  à  $(x_1, y_1, z_1)^t, (x_2, y_2, z_2)^t$  en appliquant les relations suivantes :

$$x_1 = \cos(\theta) \quad (\text{A.1})$$

$$y_1 = \sqrt{1 - \cos^2(\theta)} \cos(\rho) \quad (\text{A.2})$$

$$z_1 = \sqrt{1 - \cos^2(\theta)} \sin(\rho) \quad (\text{A.3})$$

Le vecteur  $(x_1, y_1, z_1)^t$  représenté en violet sur la figure A.1 est unitaire. En raison de la formulation tridimensionnelle de la loi de comportement cristallographique, il est nécessaire de fournir un deuxième vecteur  $(x_2, y_2, z_2)^t$ . Ce vecteur doit simplement être orthogonal à  $(x_1, y_1, z_1)^t$ .

## Résultats d'identification de la loi de comportement pour l'AM1 orienté $\langle 111 \rangle$

Les figures A.2 à A.5 montrent les résultats obtenus par Hanriot pour l'identification de la loi de comportement de l'AM1 à 950°C. Les tractions (figure A.2) semblent bien décrites, notamment l'effet de vitesse, même si le faible nombre de points expérimentaux empêche d'en dire plus. L'essai cyclique pur (figure A.3) est bien simulé. La forme de la boucle ainsi que les contraintes maximale et minimale sont bien respectées. Pour l'essai de relaxation cyclique (figures A.4 et A.5), ce n'est pas vraiment le cas. Si la forme de la boucle semble relativement bien décrite, la relaxation des contraintes pendant le temps de maintien de plus de 1000 s<sup>1</sup> est perfectible : la contrainte maximale avant le maintien est un peu trop faible, et surtout le modèle prévoit une contrainte trop élevée à la fin du temps de maintien. Un terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique aurait sans doute permis de minimiser ce phénomène.

Dans la perspective d'une utilisation de l'AM1 dans des moteurs civils, il sera vraisemblablement nécessaire de ré-identifier la loi pour mieux décrire la relaxation des contraintes.

---

<sup>1</sup> Contrairement à nos essais de fatigue-fluage pour lesquels la durée du temps de maintien est fixée, ici la déformation est imposée jusqu'à ce que la contrainte ne diminue plus. La durée du maintien peut donc varier.



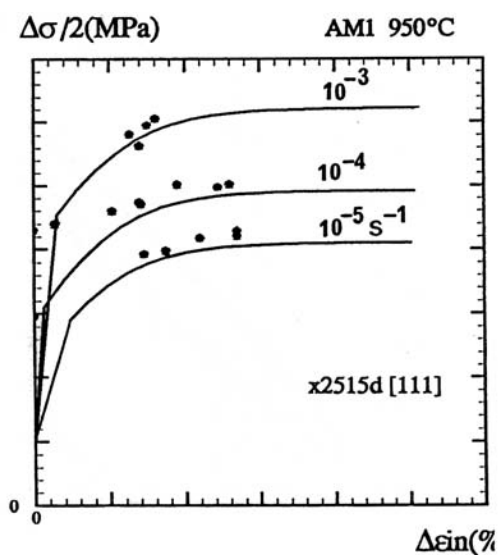


Figure A.2: Essais de traction. AM1  $\langle 111 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

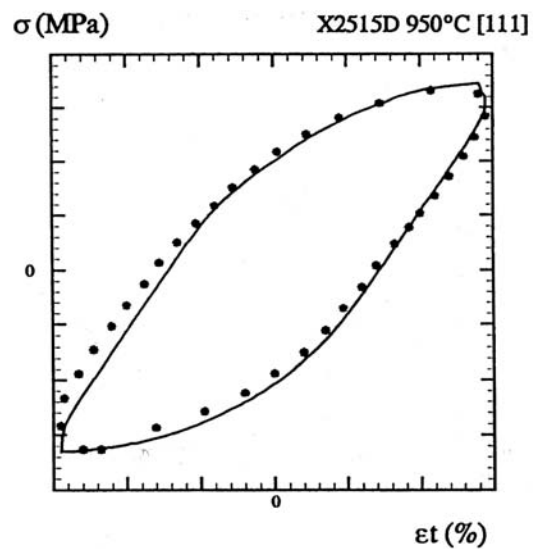


Figure A.3: Essai cyclique. AM1  $\langle 111 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

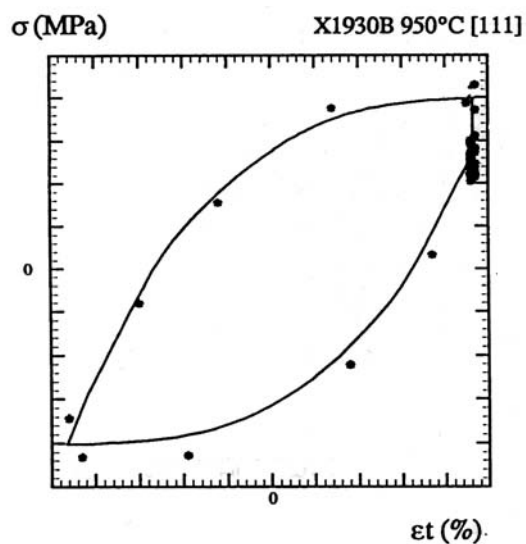


Figure A.4: Essai de fatigue avec maintien. AM1  $\langle 111 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

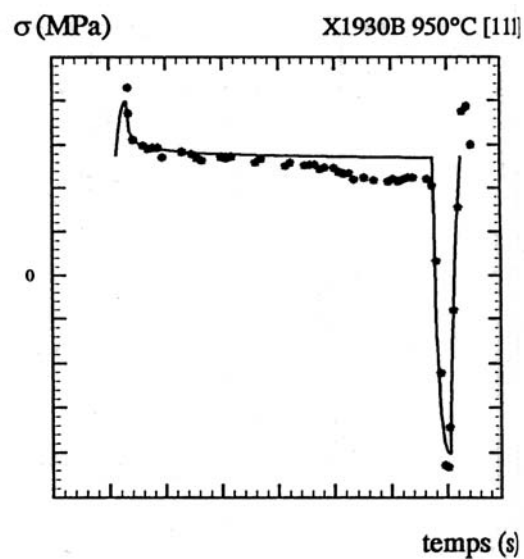


Figure A.5: Essai cyclique avec maintien. Relaxation de contrainte. AM1  $\langle 111 \rangle$  950°C (Hanriot, 1993).

## Identification de la loi de comportement du PWA1483 à 750°C

Une identification des coefficients du modèle de Cailletaud a été faite pour le PWA1483 à la température de 750°C. C'est Laurent Bucher qui s'est chargé de cette identification dans le cadre de son post-doctorat. Le but de cette identification est double : primo, il s'agit d'avoir une loi pour pouvoir simuler si besoin les expériences de propagation de fissure effectuées à 750°C (cf. chapitre 4 sur la fragilisation). Secundo, la validation du modèle de propagation dans le cas anisotherme nécessite l'identification des paramètres au moins entre 650°C et 950°C.

On a utilisé les essais référencés dans le tableau de la figure A.6. Les résultats sont présentés sur les figures A.7 à A.16.

Nous avons volontairement choisi un modèle faisant appel à un nombre limité de paramètres. On s'aperçoit que les limites du modèle sont atteintes à cette température. Mais le but était d'obtenir une réponse correcte en regard du temps passé pour l'optimisation. De plus, la température de 750°C n'est pas la meilleure pour l'identification des paramètres de la loi de comportement. Il s'agit de la zone de température dans laquelle le mode de déformation change.

Les tractions sont assez bien décrites pour l'orientation  $\langle 001 \rangle$ . Par contre, les tractions selon  $\langle 111 \rangle$  ne peuvent être simulées correctement avec le modèle viscoplastique à 5 paramètres. Ceci est probablement dû au changement de mécanisme de déformation. La forme des boucles est assez bien reproduite pour  $\langle 001 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (figures A.9 et A.13), mais aussi pour  $\langle 110 \rangle$  (figure A.15). Nous ne disposons d'aucun essai selon  $\langle 110 \rangle$ , c'est pourquoi nous avons mené un essai d'écrouissage cyclique avec temps de maintien (essai n°12). La relaxation de contrainte durant les temps de maintien est difficile à décrire avec le modèle dépourvu de terme de restauration statique dans l'écrouissage cinématique (figures A.10, A.14 et A.16).

Au final, ce modèle viscoplastique à 5 paramètres offre une description suffisamment correcte des boucles de fatigue sans temps de maintien dans les trois directions cristallographiques pour effectuer des simulations de propagation de fissure.

## Conclusion

Dans cette annexe, on constate que l'ajout d'un terme de restauration statique est souvent nécessaire pour décrire correctement la relaxation des contraintes pendant le temps de maintien. Dans le cas de l'identification réalisée par Hanriot sur l'AM1 à 950°C ou de celle effectuée par Bucher pour le PWA1483 à 750°C, il apparaît que l'absence de ce terme ne permet pas une description satisfaisante de la relaxation des contraintes. Dans le cas de la température de 750°C, les résultats en fatigue pure sont suffisamment bons pour permettre des simulations de propagation de fissure en fatigue.

Tests used for PWA1483 crystallographic model calibration at 750°C

| TENSILE TESTS |                    |                     |                  |                |                                |                              |      |                  |         |                  |         |                  |             |
|---------------|--------------------|---------------------|------------------|----------------|--------------------------------|------------------------------|------|------------------|---------|------------------|---------|------------------|-------------|
| Test #        | Bar/test id        | Crystal orientation | Temperature (°C) | Carried out by | Strain rate (s <sup>-1</sup> ) | Real crystal orientation (°) |      | Zebulon notation |         | Zebulon notation |         | Zebulon notation |             |
|               |                    |                     |                  |                |                                | θ                            | ρ    | z1               | z2      | z1               | z2      | z1               | z2          |
| 1             | 107_010_1_T750_006 | <001>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-5</sup>               | 1.0                          | 2.0  | 0.99985          | 0.01744 | 0.00061          | 0.00000 | 0.00000          | -1641.56985 |
| 2             | 107_001_6_T750_06  | <001>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-4</sup>               | 2.2                          | 26.5 | 0.99926          | 0.03435 | 0.01713          | 1.00000 | 0.00000          | -58.33900   |
| 3             | 107_001_4_T750_6   | <001>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-3</sup>               | 2.2                          | 26.5 | 0.99926          | 0.03435 | 0.01713          | 1.00000 | 0.00000          | -58.33900   |
| 4             | 140_111_3_T750_006 | <111>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-5</sup>               | 53.2                         | 44.1 | 0.59902          | 0.57503 | 0.55724          | 1.00000 | 1.00000          | -2.10690    |
| 5             | 137_111_6_T750_06  | <111>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-4</sup>               | 50.0                         | 44.2 | 0.64279          | 0.54919 | 0.53406          | 1.00000 | 1.00000          | -2.23191    |
| 6             | 137_111_4_T750_6   | <111>               | 750              | SIEMENS / IPM  | 10 <sup>-3</sup>               | 50.0                         | 44.2 | 0.64279          | 0.54919 | 0.53406          | 1.00000 | 1.00000          | -2.23191    |

| CYCLIC TESTS |             |                     |                  |                |                   |                                |            |                    |                   |                              |      |                  |         |
|--------------|-------------|---------------------|------------------|----------------|-------------------|--------------------------------|------------|--------------------|-------------------|------------------------------|------|------------------|---------|
| Test #       | Bar/test id | Crystal orientation | Temperature (°C) | Carried out by | Strain ranges (%) | Strain rate (s <sup>-1</sup> ) | Load ratio | Dwell Period (min) | Position of dwell | Real crystal orientation (°) |      | Zebulon notation |         |
|              |             |                     |                  |                |                   |                                |            |                    |                   | θ                            | ρ    | z1               | z2      |
| 7            | 103-001-7   | <001>               | 750              | SIEMENS        | 1.3               | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 0                  | --                | 6.7                          | 27.7 | 0.05423          | 1.00000 |
| 8            | 103-001-9   | <001>               | 750              | SIEMENS        | 2                 | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 10                 | T                 | 6.7                          | 27.7 | 0.05423          | 1.00000 |
| 9            | 138-111-3   | <111>               | 750              | SIEMENS        | 0.8               | 10 <sup>-3</sup>               | -1         | 0                  | --                | 50.3                         | 37.7 | 0.47051          | 1.00000 |
| 10           | 138-111-5   | <111>               | 750              | SIEMENS        | 0.55              | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 0                  | 0                 | 50.3                         | 37.7 | 0.47051          | 1.00000 |
| 11           | 139-111-2   | <111>               | 750              | SIEMENS        | 0.8               | 10 <sup>-3</sup>               | 0          | 0                  | T                 | 52.1                         | 40.3 | 0.51037          | 1.00000 |
| 12           | ??-110-3    | <110>               | 750              | ARMHES         | 1.0/1.2/1.4/1.6   | variable                       | -1         | 10                 | T                 |                              |      |                  |         |

Figure A.6: Tableau des essais à 750°C utilisés pour identifier les paramètres de la loi de comportement.

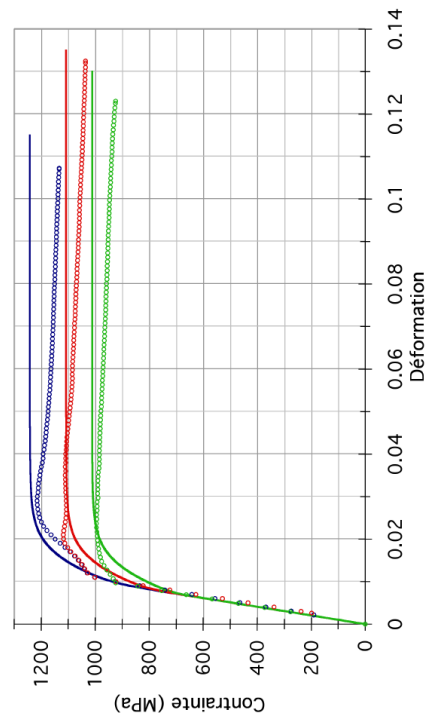


Figure A.7: Essais de traction (n°1 à 3). PWA1483  $\langle 001 \rangle$  750°C.

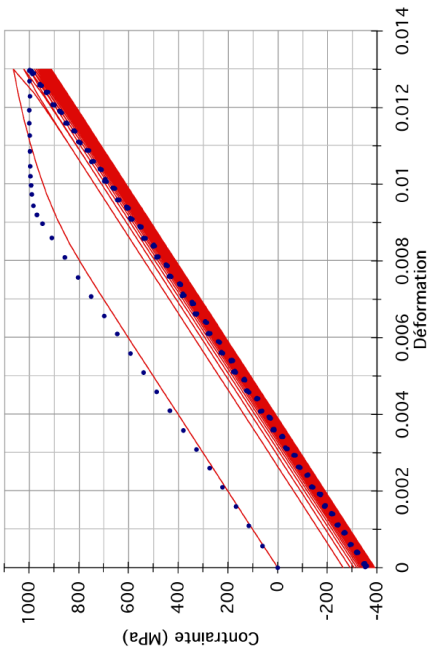


Figure A.8: Essai cyclique n°7. PWA1483  $\langle 001 \rangle$  750°C.

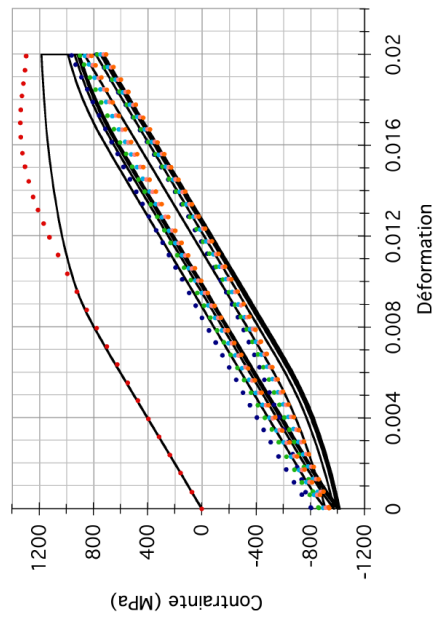


Figure A.9: Essai cyclique avec maintien n°8. PWA1483  $\langle 001 \rangle$  750°C.

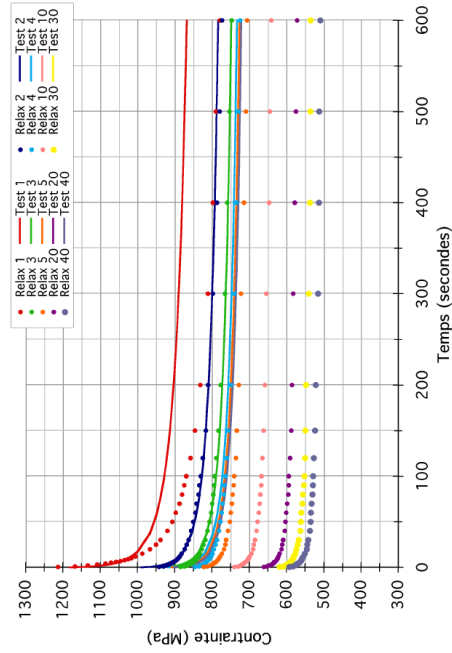


Figure A.10: Essai cyclique avec maintien n°8. Relaxation de la contrainte. PWA1483  $\langle 001 \rangle$  750°C.

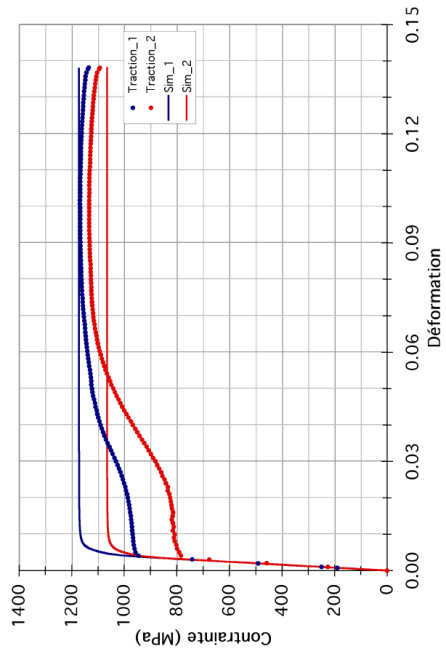


Figure A.11: Essais de traction (n° 4 à 6). PWA1483  $\langle 111 \rangle$  750°C.

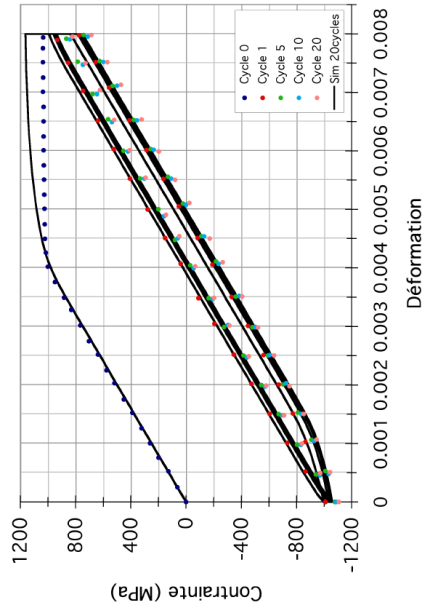


Figure A.13: Essai cyclique avec maintien n°11. PWA1483  $\langle 111 \rangle$  750°C.

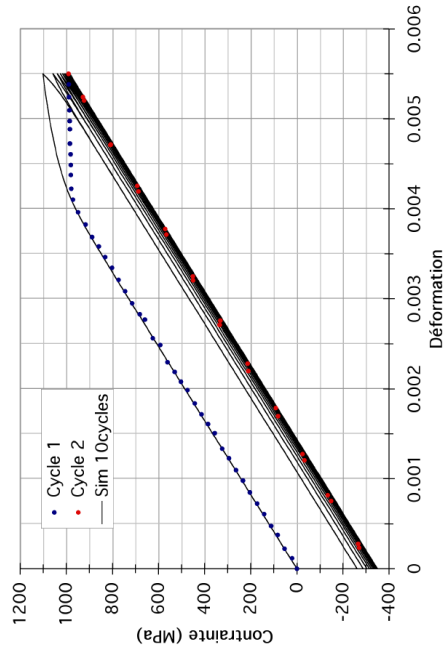


Figure A.12: Essai cyclique n°10. PWA1483  $\langle 111 \rangle$  750°C.

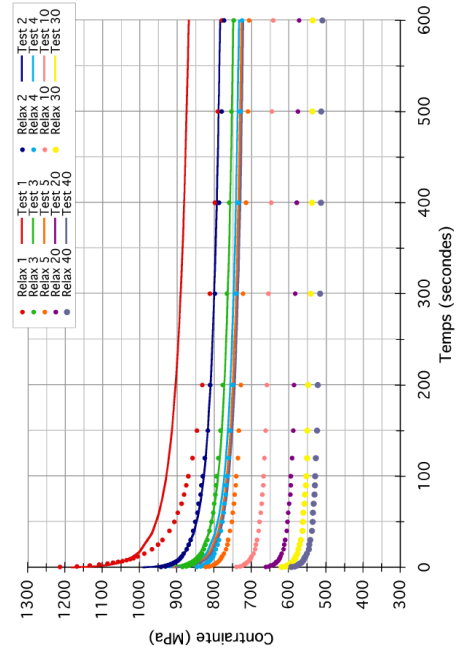


Figure A.14: Essai cyclique avec maintien n°11. Relaxation de la contrainte. PWA1483  $\langle 111 \rangle$  750°C.

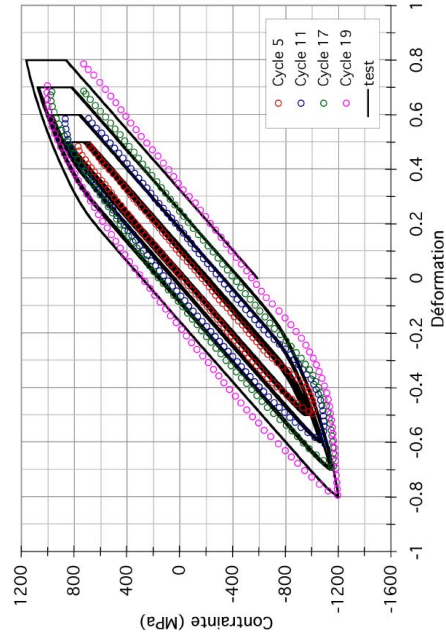


Figure A.15: Essai cyclique n°12. Tous les cycles. PWA1483 <110> 750°C.

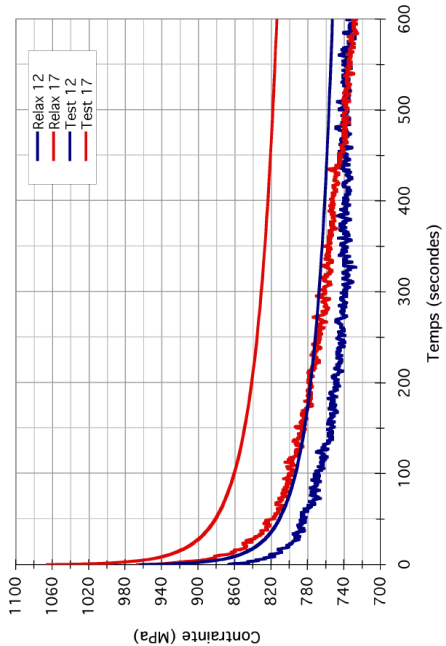


Figure A.16: Essai cyclique n°12. Relaxation de la contrainte durant le premier et dernier cycle du niveau à  $\Delta\epsilon = 0.7\%$ . PWA1483 <110> 750°C.

## Annexe B

# Compléments sur la fissuration

Cette annexe a pour but de fournir quelques compléments sur la fissuration. Nous montrons donc la méthode de calibration du système de mesure électrique de longueur de fissure. On étudie aussi l'influence de l'anisotropie sur la valeur du facteur d'intensité des contraintes.

### Compléments sur la méthode de calibration du potentiel électrique utilisée

Nous apportons ici quelques précisions sur la méthode utilisée pour calibrer le potentiel électrique. L'intérêt de cette méthode est qu'elle permet de tenir compte de la position mesurée des prises de potentiel et d'établir un lien très précis entre la longueur de fissure et le potentiel puisque les paramètres de l'équation sont identifiés par chaque éprouvette. L'objectif des lignes qui suivent est de montrer comment on obtient l'équation qui lie la longueur de fissure et le potentiel électrique. On reprend les calculs faits par Soniak (Soniak, 1989) et Rémy.

Comme on peut le voir sur la figure 1.10 (page 24), on utilise une transformation conforme pour faciliter les calculs. Cette transformation a notamment la propriété de conserver les angles, ce qui signifie que l'orthogonalité entre les lignes équipotentielles et les lignes de courant est conservée. On a donc :

$$\cosh Z_3 = \frac{\cosh Z_1}{\cos Z_2} \quad (\text{B.1})$$

où  $Z_1 = x + iy$ ,  $Z_2 = \frac{\pi a}{2W}$  et  $Z_3 = X + iY$ .  $x$  et  $y$  sont les coordonnées d'un point  $M$  dans l'espace initial,  $X$  et  $Y$  sont les coordonnées de l'image  $M'$  de ce point dans l'espace conforme.  $a$  est la longueur de fissure, et  $W$  la largeur de l'éprouvette. Concrètement,  $x$  et  $y$  sont les coordonnées physiques moyennes des deux prises de potentiel.

Il est alors possible en développant l'expression B.1 puis en regroupant les parties réelle et imaginaire d'exprimer la position  $X$  de  $M'$  ainsi :

$$X = \ln \left[ \sqrt{B + \frac{1}{2}} + \sqrt{B - \frac{1}{2}} \right] \quad (\text{B.2})$$

où  $B$  est un paramètre qui vaut :

$$B = \frac{1}{2k(a)} \left[ k_1 - k_2 + \sqrt{(k_1 - k_2 + k(a))^2 - 4k(a)k_1(1 - k_2)} \right] \quad (\text{B.3})$$

avec :

$$k(a) = \cos^2 \left( \frac{\pi a}{2W} \right)$$

$$k_1 = \cosh^2 \left( \frac{\pi x}{2W} \right)$$

$$k_2 = \sin^2 \left( \frac{\pi y}{2W} \right)$$

On peut alors définir le paramètre  $d_{th}$  comme :

$$d_{th} = \frac{2WX}{\pi} \quad (B.4)$$

On fait l'hypothèse que le potentiel  $V$  varie de manière linéaire avec la distance  $X$  dans l'espace complexe. Ainsi, pour chaque mesure optique de longueur de fissure, on peut calculer  $X$  et donc  $d_{th}$ . A chaque longueur de fissure correspond aussi un potentiel électrique  $V$  mesuré. On reporte ces points dans un graphique et on constate bien qu'il est possible de faire passer une droite par les points expérimentaux :

$$V = \alpha d_{th} + \beta \quad (B.5)$$

La calibration nous permet donc de calculer les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  (figure B.1). Si l'on introduit  $D$  tel que :

$$D = \frac{\pi}{2W} \frac{V - \beta}{\alpha} \quad (B.6)$$

On a  $D \simeq X$  si la régression linéaire est bonne.

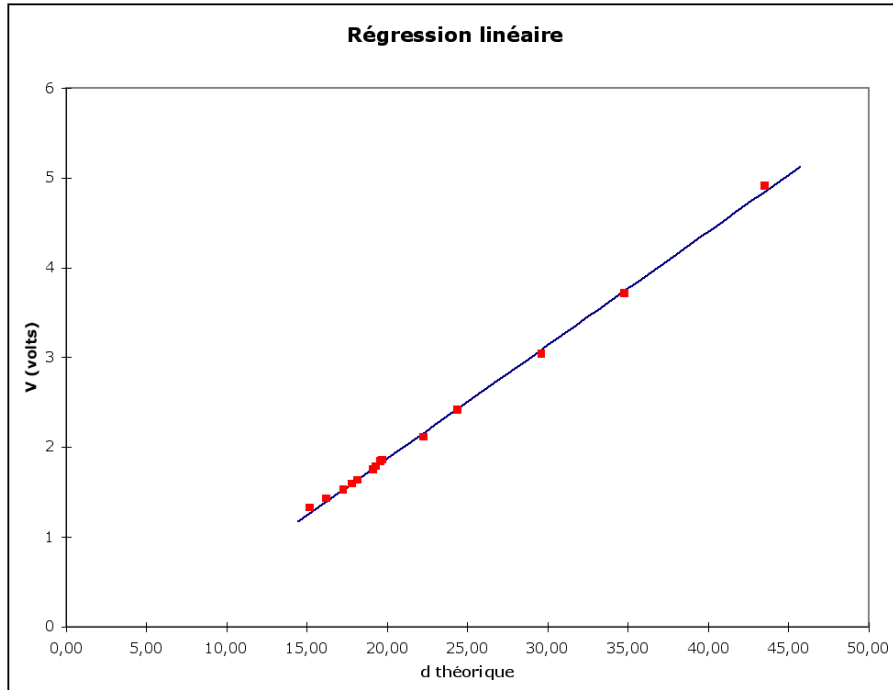


Figure B.1: Exemple de régression linéaire obtenue en calibrant le potentiel pour l'éprouvette 104H2A (PWA1483 fissurée à 20 Hz et 950°C).

Il est maintenant possible d'inverser la transformation, pour obtenir  $a$  en fonction de  $D$ , et donc de  $V$  :



---


$$a = \frac{2W}{\pi} \cos^{-1} \sqrt{\frac{4(k_3 \cosh^2(D) - k_4)}{\sinh^2(2D)}} \quad (\text{B.7})$$

où  $k_3 = k_1 - k_2$  et  $k_4 = k_1(1 - k_2)$ .

## Rôle de l'anisotropie dans le calcul du facteur d'intensité des contraintes

Dans tous nos résultats d'essai, le facteur d'intensité des contraintes est calculé avec la formule de Strawley (équation 3.10, page 74). Cette formule classique est théoriquement valide pour les matériaux isotropes. Les superalliages monocristallins étant anisotropes, nous avons voulu quantifier l'écart entre le  $K$  de la formule de Strawley et le  $K$  calculé en tenant compte de l'anisotropie.

Pour cela, nous avons calculé le taux de restitution d'énergie élastique  $G$  grâce à la méthode de Parks (Parks, 1974) qui est implantée dans Z-Set. On explique dans la section qui suit le lien qu'on peut établir entre  $G$  et  $K$  dans le cas d'un matériau isotrope et d'un matériau anisotrope.

### Calcul de $K$ dans un matériau élastique anisotrope

Pour un matériau élastique isotrope contenant une fissure sollicitée en mode  $I$ , le passage de  $G$  à  $K$  dans le cas des déformations planes se fait grâce à la relation (cf. chapitre 3) :

$$G = \frac{(1 - \nu^2)}{E} K_I^2 \quad (\text{B.8})$$

Dans le cas d'un matériau anisotrope, établir un tel lien est plus complexe. Sih a exprimé dans (Liebowitz, 1968) le champ des contraintes à la pointe d'une fissure dans un matériau anisotrope :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{11} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \Re \left[ \frac{s_1 s_2}{s_1 - s_2} \left( \frac{s_2}{\sqrt{\cos \theta + s_2 \sin \theta}} - \frac{s_1}{\sqrt{\cos \theta + s_1 \sin \theta}} \right) \right] \\ \sigma_{22} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \Re \left[ \frac{1}{s_1 - s_2} \left( \frac{s_1}{\sqrt{\cos \theta + s_2 \sin \theta}} - \frac{s_2}{\sqrt{\cos \theta + s_1 \sin \theta}} \right) \right] \\ \sigma_{12} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \Re \left[ \frac{s_1 s_2}{s_1 - s_2} \left( \frac{1}{\sqrt{\cos \theta + s_1 \sin \theta}} - \frac{1}{\sqrt{\cos \theta + s_2 \sin \theta}} \right) \right] \end{array} \right. \quad (\text{B.9})$$

avec  $s_j = \alpha_j + i\beta_j$  les racines de l'équation caractéristique :

$$S'_{11}s^4 - 2S'_{16}s^3 + (2S_{12} + S'_{66})s^2 - 2S'_{26}s + S'_{22} = 0 \quad (\text{B.10})$$

$$S'_{ij} = \begin{cases} S_{ij} & \text{en contraintes planes} \\ S_{ij} - \frac{S_{i3}S_{j3}}{S_{33}} & \text{en déformations planes} \end{cases} \quad (\text{B.11})$$

Les  $S_{ij}$  sont les composantes du tenseur de souplesse exprimées avec la notation de Voigt (cf. chapitre 2).

Il a alors établi le lien entre  $K_I$  et  $G$  :

$$G = \frac{S_{22}}{2} \Re \left[ \frac{s_1 + s_2}{s_1 s_2} i \right] K_I^2 \quad (\text{B.12})$$

On peut d'ailleurs noter qu'il est possible de retrouver l'équation B.8 grâce à cette relation.

Nous avons réalisé le calcul pour l'AM1 à 950°C. Les coefficients du tenseur de souplesse sont :

$$\begin{aligned} S_{11} &= 1,10189 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \\ S_{12} &= -0,47834 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \\ S_{44} &= 1,07527 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1} \end{aligned}$$

Tableau B.1: Valeurs des souplesses élastiques de l'AM1 à 950°C.

Pour une orientation de fissure  $\succ(001)[010]$  et en déformations planes, l'équation caractéristique B.10 devient :

$$x^4 + 0,01326156x^2 + 1 = 0 \quad (\text{B.13})$$

Les racines de cette équation sont :

$$\begin{cases} s_1 = 0.7047585467 + 0.7094472432i \\ s_2 = -0.7047585467 + 0.7094472432i \end{cases} \quad (\text{B.14})$$

En considérant ces valeurs, l'équation B.12 devient :

$$G = 7,8173 \cdot 10^{-6} K_I^2 \quad (\text{B.15})$$

## Conditions de calcul

Les calculs ont été réalisés avec la méthode de Parks (Parks, 1974) en considérant un comportement parfaitement élastique. Il s'agit d'une méthode énergétique qui calcule  $G$  à partir d'une petite perturbation imposée au noeud de la pointe de fissure. Comme on peut le voir sur la figure B.2, la valeur de  $G$  calculée par cette méthode dépend de l'amplitude de la perturbation imposée  $\delta a$ . Néanmoins, en dessous de  $\delta a \simeq 10^{-6}$  mm, la valeur du taux de restitution d'énergie ne dépend plus de la perturbation. Nous avons donc choisi  $\delta a = 10^{-8}$  mm.

Le maillage est celui d'une éprouvette CT, avec une taille d'élément de 5  $\mu\text{m}$  à la pointe de fissure. On considère un état de déformations planes. L'orientation de fissure considérée est  $\succ(001)[010]$  (dans le cas isotrope, cette information n'est pas requise). On applique en une seconde une charge de 556,6 N, qui correspond à  $K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{m}$  d'après la formule de Strawley<sup>1</sup>.

## Résultats

On compare l'équation de Strawley 3.10 aux valeurs de  $K$  calculées de trois manières différentes :

1. En faisant le calcul E.F. avec le comportement élastique isotrope équivalent pour l'AM1 à 950°C. Le passage de  $G$  à  $K$  est fait grâce à l'équation B.8 dédiée aux matériaux isotropes.

---

<sup>1</sup>La longueur de fissure vaut 16 mm, soit  $a/w = 0,5$ .

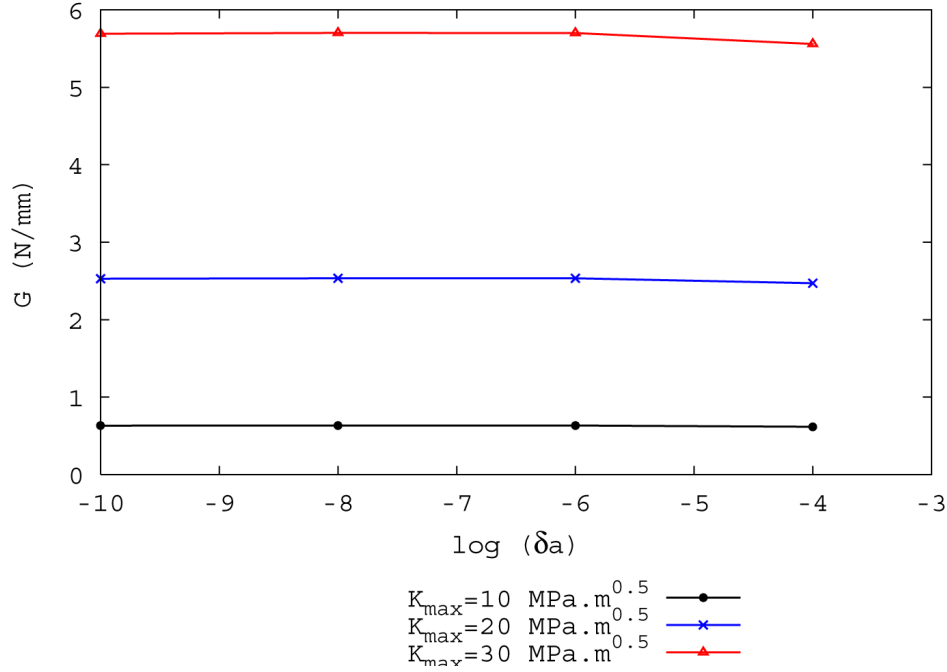


Figure B.2: Influence de la perturbation sur le taux de restitution d'énergie élastique  $G$  (avec la méthode de Parks).

2. En faisant le calcul E.F. avec le comportement élastique anisotrope de l'AM1 à 950°C. Le passage de  $G$  à  $K$  est fait grâce à l'équation B.8 dédiée aux matériaux isotropes.
3. En faisant le calcul E.F. avec le comportement élastique anisotrope de l'AM1 à 950°C. Le passage de  $G$  à  $K$  est fait grâce à l'équation B.12 dédiée aux matériaux anisotropes.

Le calcul dans le cas isotrope a été réalisé en prenant le module d'Young et le coefficient de Poisson apparents pour l'AM1 orienté  $\langle 001 \rangle$  à 950°C, soit :

$$\begin{cases} E = 90177 \text{ MPa} \\ \nu = 0.434 \end{cases} \quad (\text{B.16})$$

Les résultats sont visibles sur la figure B.3. On constate que la formule de Strawley (équation 3.10) est cohérente avec le calcul par éléments finis en considérant un matériau isotrope. Lorsque l'on se place dans le cas où le matériau est pris anisotrope mais que l'on applique la formule isotrope (équation B.8), la différence est significative avec la formule de Strawley (16 % d'écart). Enfin, le cas "tout anisotrope" est intermédiaire : à une charge donnée, le facteur d'intensité des contraintes est moins important que dans le cas isotrope, mais il est supérieur à celui que l'on calcule en appliquant la formule isotrope à un matériau anisotrope.

## Conclusion

La méthode de calibration du potentiel électrique présentée dans cette annexe offre une grande précision car les paramètres  $\alpha$  et  $\beta$  sont calculés pour chaque éprouvette.

En ce qui concerne la dépendance du facteur d'intensité des contraintes  $K$  à l'anisotropie du matériau, on constate que  $K$  est plus faible si l'on prend en compte l'anisotropie par rapport à ce qui est donné par la formule de Strawley. Néanmoins, cette formule décrit très bien  $K$  dans le cas isotrope. Elle est aussi facilement utilisable pour analyser des résultats d'essais.

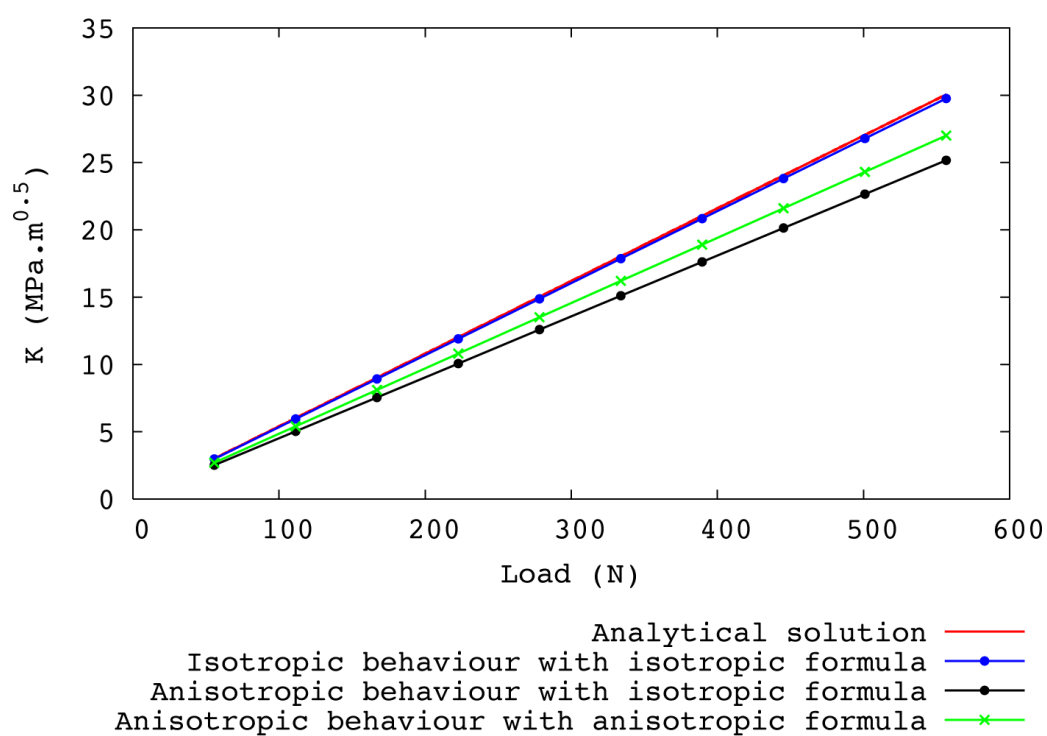


Figure B.3: Comparaison avec la formule de Strawley des valeurs de  $K$  obtenues par trois méthodes.

---

On l'utilise donc pour ces superalliages monocristallins, tout en sachant que le  $K$  calculé perd alors sa signification du point de vue énergétique.



## Annexe C

# Simulation de l'influence de la préfissuration sur les champs en traction monotone

### Objectif

Nous avons mentionné dans le chapitre 2 qu'une des difficultés rencontrées avec le modèle de post-traitement réside dans l'absence de prise en compte de l'histoire de la propagation de fissure. Les calculs par éléments finis ont été réalisés pour une fissure statique avec un matériau initialement vierge. On ne tient donc pas compte de la traînée plastique qui peut induire de la fermeture de fissure. On ne considère pas non plus le fait que certains systèmes à la pointe de la fissure ont déjà été activés.

Nous avons donc cherché à mieux comprendre ce phénomène, en prenant l'exemple de la préfissuration. Celle-ci est effectuée à 650°C, avec un chargement décroissant de manière à réduire l'impact de l'histoire de préfissuration sur l'essai proprement dit. Dans cette annexe, on présente donc les simulations réalisées dans des conditions les plus proches possibles de celles rencontrées expérimentalement en préfissuration.

### Conditions du calcul

Nous considérons la préfissuration d'une éprouvette d'AM1 orientée  $\succ(001)[110]$ . La loi de comportement est celle de l'AM1 standard à 650°C avec prise en compte des systèmes cubiques et octaédriques (Hanriot, 1993).

La propagation de fissure est simulée par la technique du relâchement de noeuds (figure C.1). Le maillage est constitué d'éléments quadratiques de 10  $\mu\text{m}$  à la pointe de la fissure, afin de limiter la taille et la durée du calcul par rapport à un maillage de 5  $\mu\text{m}$ . On impose qu'un noeud soit relâché tous les 4 cycles, à charge minimale afin de faciliter la convergence du calcul. Cela correspond donc à une vitesse de propagation de fissure constante de  $1,25 \cdot 10^{-6}$  m/cycle. Cette vitesse est cohérente avec le chargement appliqué, d'après les mesures de vitesse de fissure réalisées par Fleury sur l'AM1 à 650°C. On applique en effet un chargement triangulaire à 25 Hz, globalement décroissant. On passe linéairement de  $\Delta K = 30 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  à  $\Delta K = 20 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$  sur une distance d'environ 0,4 mm. On peut noter ici que le  $\Delta K$  final est nettement plus élevé que celui qu'on applique réellement en préfissuration (qui vaut plutôt  $8 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ ). Ce choix a été fait pour garder un bon accord entre le chargement appliqué et

la vitesse de propagation que l'on impose par déboutonnage tout en conservant un temps de calcul acceptable. En effet, à la fin de la préfissuration, lorsque  $\Delta K \simeq 8 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , la vitesse de propagation de fissure est de l'ordre de  $10^{-9} \text{ m/cycle}$ , ce qui signifie qu'il faudrait relâcher un noeud tous les 5000 cycles si l'on considère une taille d'élément de  $10 \mu\text{m}$  à la pointe de fissure. C'est tout à fait irréaliste. Notre calcul a déjà demandé la simulation d'environ 400 cycles de fatigue en tout, ce qui a nécessité plus d'un mois de calcul.

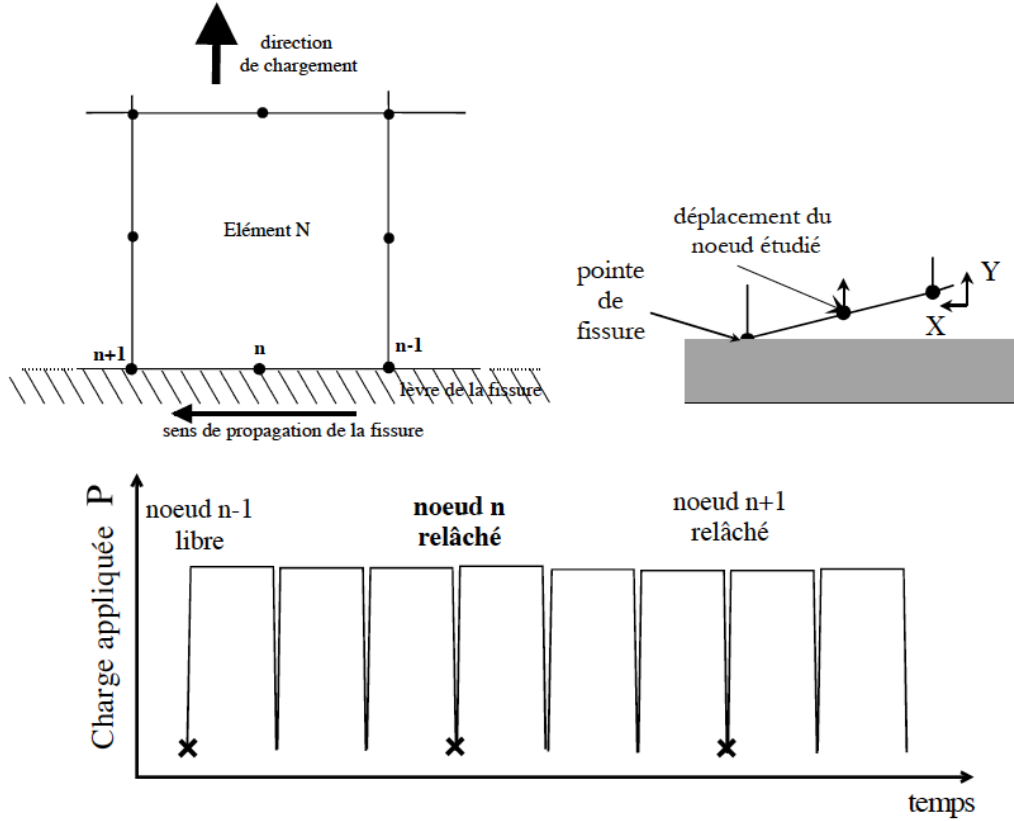


Figure C.1: Schéma expliquant le principe de la méthode de relâchement de noeuds dans le cas d'un chargement d'amplitude constante et d'un relâchement tous les 3 cycles, d'après (Sansoz, 2000).

Pour avoir une idée claire de l'impact de cette histoire de propagation sur les champs à la pointe de fissure, on fait une reprise du calcul à l'issue de la simulation de préfissuration en imposant une traction importante (la fissure est bloquée durant ce chargement). On impose un  $K_{max}^{traction}$  en fin de traction trois fois supérieur au  $K_{max}^{finpref}$  de fin de préfissuration. Comme on avait choisi un rapport de charge de 0,1, on avait en fin de préfissuration  $K_{max}^{finpref} = \Delta K^{finpref} / 0,9 \simeq 22,2 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ . On choisit donc  $K_{max}^{traction} \simeq 67 \text{ MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ , ce qui est élevé mais nécessaire pour bien observer les champs de contraintes et de déformations. On réalise le même calcul de traction mais sans propagation préalable de la fissure afin de comparer les résultats.

## Résultats

Il est intéressant d'observer la carte des isovaleurs de glissement octaédrique cumulé  $\gamma_{cum}^{oct}$  (cf. chapitre 5) à la fin de la traction (figure C.2). On observe que globalement l'étendue de la zone activée tend à diminuer, ce qui est cohérent avec le chargement décroissant imposé. On



observe à la pointe de fissure deux secteurs activés à  $\simeq 70^\circ$  et  $\simeq 130^\circ$ . Ils correspondent à l'activation des systèmes octaédriques lors de la traction. D'ailleurs, le début de préfissuration a aussi engendré une petite bande visible à gauche de la figure.

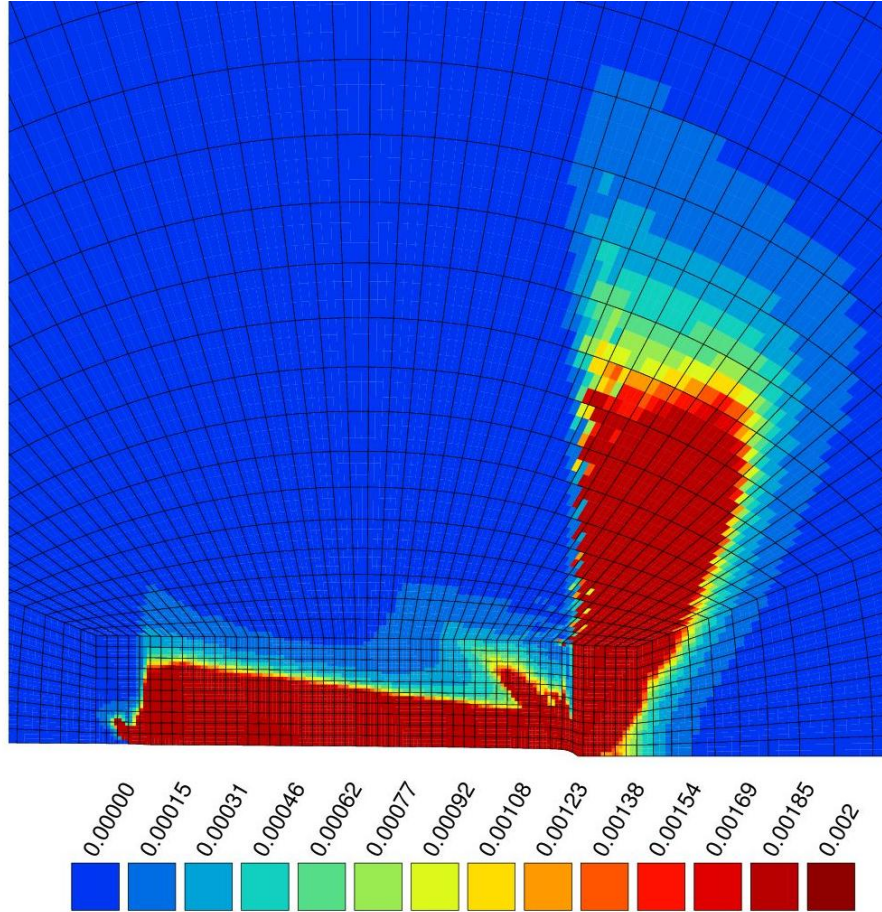


Figure C.2: Isovaleurs du glissement octaédrique cumulé  $\gamma_{cum}^{oct}$ , tracées à la fin du chargement.

On cherche maintenant à quantifier le phénomène en analysant le glissement sur les systèmes le long d'un contour qui entoure la pointe de fissure à une distance de  $50 \mu\text{m}$  (d'une manière analogue à ce que l'on a fait dans le chapitre 5 : cf. figures 5.4 et 5.6). Sur la figure C.3, on compare le glissement cumulé pour les systèmes octaédriques en fin de traction pour le calcul sans simulation de préfissuration et le calcul avec. On fait de même sur la figure C.4 pour les systèmes cubiques.

Pour les systèmes octaédriques, on constate bien la présence des deux zones de fort glissement, ce qui est cohérent avec la figure C.2. Le maximum de glissement dans chacun des deux secteurs est proche des angles de  $54,7^\circ$  et  $125,3^\circ$  prévus par la solution asymptotique (représentée par un trait continu sur la figure). L'angle balayé par le secteur "avant" est particulièrement important : il va quasiment de  $40^\circ$  à  $90^\circ$ . Si l'on compare le profil du glissement avec et sans propagation, on constate deux phénomènes. Premièrement, l'angle de chaque secteur est quasiment inchangé. Deuxièmement, le glissement est beaucoup moins important dans les secteurs dans le cas où il y a eu propagation de la fissure. C'est particulièrement flagrant pour le secteur à  $125^\circ$ . Nous voyons donc que la préfissuration a un effet sur l'intensité du glissement dans ces conditions. Un autre effet peut être observé directement sur la courbe : on constate qu'à  $180^\circ$  le glissement cumulé est non nul lorsqu'il y a eu simulation de

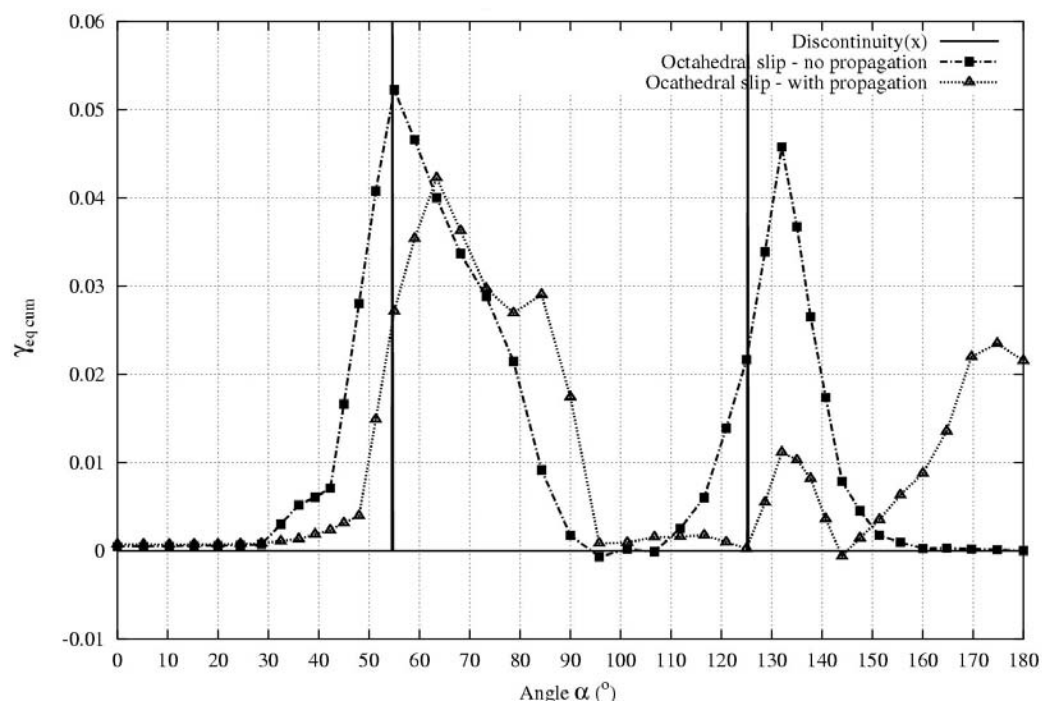


Figure C.3: Glissement octaédrique cumulé  $\gamma_{cum}^{oct}$  tracé à la fin du chargement, pour le calcul avec propagation et le calcul sans.

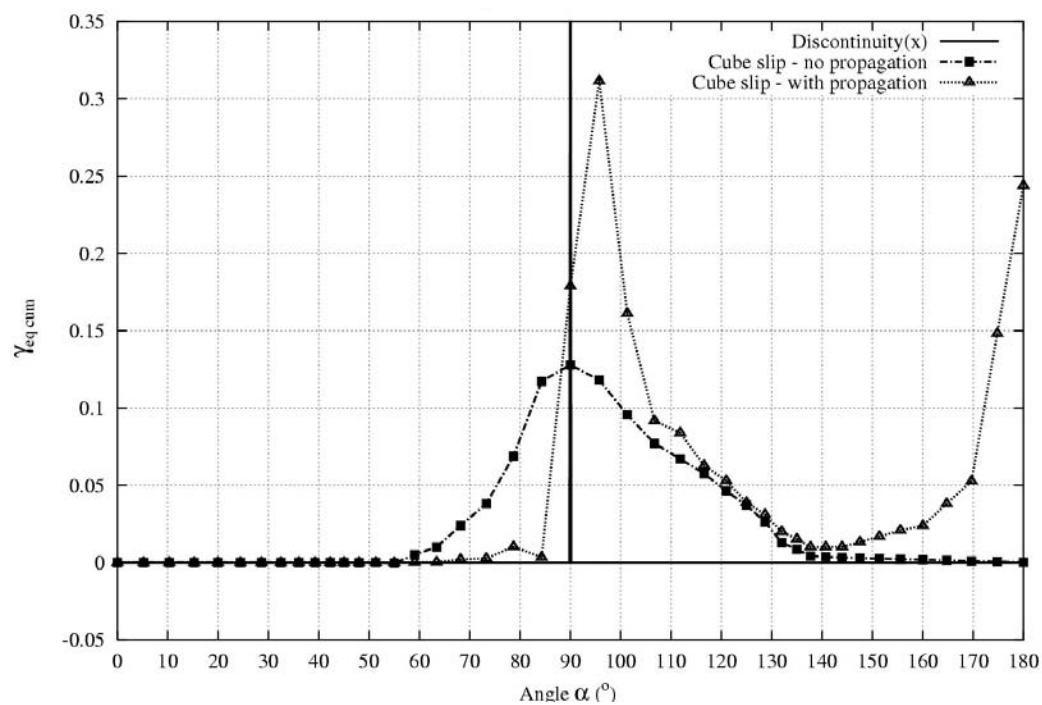


Figure C.4: Glissement cubique cumulé  $\gamma_{cum}^{cub}$  tracé à la fin du chargement, pour le calcul avec propagation et le calcul sans.

---

la propagation de fissure, et pas dans l'autre cas. C'est un résidu de l'activation des systèmes au moment où la fissure est passée.

Pour les systèmes cubiques, on constate aussi la présence d'un pic de glissement cumulé, légèrement étalé. Cela correspond à l'activation d'un secteur assez fin dans une direction à  $90^\circ$  de la direction de propagation de fissure. Dans les deux simulations, le maximum de glissement est observé très proche de  $90^\circ$ , ce qui correspond à la solution asymptotique avec prise en compte des systèmes cubiques (Flouriot *et al.*, 2003a). Nous mettons aussi en évidence une différence d'intensité du glissement dans le cas où il y a eu propagation de la fissure et dans le cas où elle n'a pas eu lieu. Mais la situation est inversée par rapport aux systèmes octaédriques : le glissement le plus intense correspond à la situation où il y a eu propagation de la fissure. Il est assez difficile d'expliquer ce phénomène. On vérifie bien par ailleurs qu'à  $180^\circ$  le glissement non nul correspond au cas où la fissure s'est propagée. Pour finir, on peut noter que les quantités de glissement cumulé sont plus importantes pour les systèmes cubiques que pour les systèmes octaédriques.

## Conclusion

Cette simulation montre qu'une propagation de fissure préalable à une traction ne modifie pas la direction des bandes de déformation qui seront activées. Par contre, dans cette simulation isotherme, la quantité de glissement est fortement affectée par l'histoire du chargement. Les effets sont de plus inversés pour les systèmes cubiques et octaédriques. Néanmoins, il est difficile de se prononcer sur l'impact qu'aurait la préfissuration sur un chargement cyclique ultérieur (au lieu d'une traction). Qui plus est, ce chargement cyclique est fait à la température de l'essai de fissuration,  $950^\circ\text{C}$  dans notre cas. Une étude approfondie des effets de l'histoire de fissuration sera probablement nécessaire si l'on veut développer le modèle de post-traitement.



# Bibliographie

ALAM, A. M. et RÉMY, L. (2001). Modèle de calcul de durée de vie des matériaux sous chargement de fatigue-fluage et d'oxydation : application aux essais LCF et FMT des superalliages monocristallins AM1 et CMSX4. Rapport interne, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris - Centre des Matériaux.

ANTON, D. L. (1984). Fatigue crack growth in anisotropic superalloy single crystals. In BEEVERS, C. J., éditeur : *Fatigue 84. Proceedings of the 2nd Conference on Fatigue and Fracture Thresholds.*, pages 1361–1369, Birmingham, UK. EMAS, Warley.

AZHDARI, A., OBATA, M. et NEMAT-NASSER, S. (2000). Alternative solution methods for crack problems in plane anisotropic elasticity, with examples. *International Journal of Solids and Structures*, 37:6433–6478.

BASINSKI, Z. S. et BASINSKI, S. J. (1985a). Low amplitude fatigue of copper single crystals - II. Surface observations. *Acta Metallurgica*, 33:1307–1317.

BASINSKI, Z. S. et BASINSKI, S. J. (1985b). Low amplitude fatigue of copper single crystals - III. PSB sections. *Acta Metallurgica*, 33:1319–1327.

BASINSKI, Z. S., PASCUAL, R. et BASINSKI, S. J. (1983). Low amplitude fatigue of copper single crystals - I. The role of the surface in fatigue failure. *Acta Metallurgica*, 31:591–602.

BAUDIN, G. et POLICHELLA, H. (1978). Nouvelle méthode de mesures électrique de longueur de fissure. *La Recherche Aéronautique*, 4:195–203.

BAUSCHINGER, J. (1881). Über die Veränderung der Elastizitätsgrenze und des Elastizitätsmoduls verschiedener Metalle. *Civiling N. F.*, 27(19):289–348.

BELYTSCHKO, T., MOËS, N., USUI, S. et PARIMI, C. (2001). Arbitrary discontinuities in finite elements. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 50:993–1013.

BEREMIN, F. M. (1983). A Local Criterion for Cleavage Fracture of a Nuclear Pressure Vessel Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 14A(11):2277–2287.

BERNÈDE, P. (1994). *Effet de l'oxydation sur la fissuration en fatigue-fluage d'un superalliage pour disque de turbines, l'Astroloy*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

BESSON, J., BERDIN, C., BUGAT, S., DESMORAT, R., FEYEL, F., FOREST, S., LORENTZ, E., MAIRE, E., PARDOEN, T., PINEAU, A. et TANGUY, B. (2004). *Local Approach to Fracture*. Les Presses de l'Ecole des Mines. Ecole des Mines de Paris, Paris.

BETTGE, D. et ÖSTERLE, W. (1999). "Cube slip" in near-[111] oriented specimens of a single-crystal nickel-base superalloy. *Scripta Materialia*, 40(4):389–395.

BOUBIDI, P. (2000). *Caractérisation expérimentale et modélisation numérique de la fatigue à faible nombre de cycles d'un superalliage base Ni monocristallin sous chargement multiaxial*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- BOUBIDI, P. et SIEVERT, R. (2002). Experimental and Numerical Investigations of Macro-crack Initiation Under Low-cycle Fatigue Loading at Notches in a Single Crystal Superalloy at High Temperature. In BIALLAS, G. , éditeur : *High-Temperature Fatigue - CAMP 2002*, pages 127–141, University of Paderborn, Germany.
- BOUVARD, J.-L., CHABOCHE, J.-L. et FEYEL, F. (2006). The use of cohesive zone model for coupled fatigue/plasticity crack propagation simulation. In *European Conference on Fracture 16*, , Greece.
- BOUVARD, J.-L., CHABOCHE, J.-L., GALLERNEAU, F. et FEYEL, F. (2005). Numerical simulation of crack growth in high pressure components. In *International Conference on Fracture 11*, Turin, Italy.
- BUSO, E. P. et MCCLINTOCK, F. A. (1996). A dislocation mechanics-based crystallographic model of a B2-type intermetallic alloy. *International Journal of Plasticity*, 12(1):1–28.
- BUSO, E. P., MEISSONNIER, F. et O'DOWD, N. (2000). Gradient-dependent deformation of two-phase single crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48:2333–2361.
- CAILLETAUD, G. (1987). *Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux*. Thèse d'état, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- CARDONA, J.-M. (2000). *Comportement et durée de vie des pièces multiperforées : application aux aubes de turbine*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- CARON, P. (2000). High gamma prime solvus new generation nickel-based superalloys for single crystal turbine blade applications. In POLLOCK, T. M., KISSINGER, R. D., BOWMAN, R. R., GREEN, K. A., MCLEAN, M. et SCHIRRA, J. J., éditeurs : *Superalloys 2000*, pages 737–746, Champion, Pennsylvania, USA.
- CARON, P. et KAHN, T. (1986). Anisotropie en fluage dans un superalliage monocristallin gamma - gamma'. In *27ème édition de la SFME*, Nantes.
- CARRY, C. et STRUDEL, J.-L. (1975). Direct observation of  $\langle 110 \rangle \{ \bar{1}10 \}$  slip in FCC single crystals of nickelbase superalloy. *Scripta Metallurgica*, 9:731–736.
- CHABOCHE, J.-L. (1989). Constitutive equations for cyclic plasticity and cyclic viscoplasticity. *International Journal of Plasticity*, 5:247–302.
- CHABOCHE, J.-L. et GALLERNEAU, F. (2001). An overview of the damage approach of durability modelling at elevated temperature. *International Journal on Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 24:405–418.
- CHALANT, G. et RÉMY, L. (1983). Model of fatigue crack propagation by damage accumulation at the crack tip. *Engineering Fracture Mechanics*, 18(5):939–952.
- CHENG, A. S. et LAIRD, C. (1981). Fatigue life behavior of copper single crystals. Part I : Observations of crack nucleation. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structure*, 4:331–341.
- CHEREPANOV, G. P. (1969). On crack propagation in solids. *International Journal of Solids and Structures*, 5:863–871.
- CHIERAGATTI, R. (1987). *Influence de l'orientation cristallographique sur le comportement en fatigue oligocyclique du Mar-M200 monocristallin*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- CHIERAGATTI, R. et RÉMY, L. (1991). Influence of orientation on the low cycle fatigue behaviour of MAR-M200 single crystals. Part II : Cyclic stress-strain behaviour. *Materials Science and Engineering*, A 141:11–22.

- CHOI, S. H. et KREMPL, E. (1989). Viscoplasticity theory based on overstress applied to the modeling of cubic single crystals. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 8(3):219–233.
- CLARK, G. et KNOTT, J. (1975). Measurement of Fatigue Cracks in Notched Specimens by Means of Theoretical Electrical Potential Calibrations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 23:265–276.
- CLÉMENT, N., COURET, A. et CAILLARD, D. (1991a). An in situ study of cube glide in the gamma prime phase of a superalloy : I. The controlling mechanism. *Philosophical Magazine*, 64(3):669–695.
- CLÉMENT, N., COURET, A. et CAILLARD, D. (1991b). An in situ study of cube glide in the gamma prime phase of a superalloy : II. The anomalous stress-temperature dependence. *Philosophical Magazine*, 64(3):697–708.
- COPLEY, S. M. et KEAR, B. H. (1967). A dynamic theory of coherent precipitation hardening with application to nickel-base superalloys. *Transactions of the AIME Metallurgical Society*, 239(7):977–983.
- CUITIÑO, A. et ORTIZ, M. (1992). Computational modeling of single crystals. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 1:225–263.
- CUITIÑO, A. et ORTIZ, M. (1996). Three-dimensional crack-tip fields in four-point-bending copper single-crystal specimens. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44:863–904.
- DAVIDSON, J.-M., FREDHOLM, A., KHAN, T. et THERET, J.-M. (1983). Demande de brevet déposée en France le 29.11.1983.
- DEFRESNE, A. (1989). *Endommagement en fatigue oligocyclique à 650°C de superalliages monocristallins à base de nickel : influence de l'orientation cristallographique et d'une concentration de contrainte*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- DEFRESNE, A. et RÉMY, L. (1990). Fatigue behaviour of CMSX 2 superalloy [001] single crystals at high temperature II : Fatigue crack growth. *Materials Science and Engineering A*, 129(1):55–64.
- DELORENZI, H. G. (1985). Energy Release Rate Calculations by the Finite Element Method. *Engineering Fracture Mechanics*, 21(1):129–143.
- DHONDT, G. (1998). Automatic 3-D mode-I crack propagation calculations with finite elements. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 41:739–757.
- DHONDT, G. (2002). Mixed-mode K-calculations in anisotropic materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 69:909–922.
- E647-91, A. (1991). Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates.
- ELBER, W. (1970). Fatigue crack closure under cyclic tension. *Engineering Fracture Mechanics*, 2:37–45.
- ELBER, W. (1971). The significance of fatigue crack closure. In *Damage Tolerance in Aircraft Structures - ASTM STP 486*, pages 230–242. American Society for Testing and Materials.
- ENGERAND, J.-L. (2000). Mécanique de la rupture. In *TECHNIQUES DE L'INGÉNIEUR*, éditeur : *Traité de Génie Mécanique - BM 5060*.
- ESPIÉ, L. (1996). *Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement mécanique de monocristaux de superalliages*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- FEDELICH, B. (1999). A microstructure based constitutive model for the mechanical behavior at high temperatures of nickel-base single crystal superalloys. *Computational Materials Science*, 16:248–258.
- FEDELICH, B. (2002). A microstructural model for the monotonic and the cyclic mechanical behavior of single crystals of superalloys at high temperatures. *International Journal of Plasticity*, 18:1–49.
- FEDELICH, B., KUBLER, R. F., BUSO, E. P., O'DOWD, N., TOULIOS, M., VOUDOURIS, G., MARCHAL, N., FOREST, S. et RÉMY, L. (2004). SOCRAX Report D3.1 - Crystallographic constitutive equations : formulation, calibration and validation of predicted deformation response. Rapport technique RT 15/07342, Commission Européenne - ONERA.
- FEDELICH, B., KÜNECKE, G. et EPISHIN, A. (2006). Modelling of rafting and its influence in Ni-base superalloys. In *Proceedings of the 8th Conference on Materials for Advanced Power Engineering*, Liège, Belgique.
- FINNEY, J. M. et LAIRD, C. (1975). Strain localization in cyclic deformation of copper single crystals. *Philosophical Magazine*, 31:339–366.
- FISHER, J. C. (1951). Calculation of Diffusion Penetration Curves for Surface and Grain Boundary Diffusion. *Journal of Applied Physics*, 22(1):74–77.
- FLECK, N. A. (1986). Finite element analysis of plasticity-induced crack closure under plane strain conditions. *Engineering Fracture Mechanics*, 25:441–449.
- FLECK, N. A. et NEWMAN JR., J. C. (1988). Analysis of Crack Closure Under Plane Strain Conditions. In NEWMAN JR., J. C. et ELBER, W., éditeurs : *Mechanics of Fatigue Crack Closure*, ASTM STP 982, pages 319–341. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA.
- FLEURY, E. (1991). *Endommagement du superalliage monocristallin AM1 en fatigue isotherme et anisotherme*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- FLEURY, E. et RÉMY, L. (1993). Low cycle fatigue damage in nickel-base superalloy single crystals at elevated temperature. *Materials Science and Engineering A*, 167(1-2):23–30.
- FLOURIOT, S. (2004). *Plasticité en pointe de fissure dans un monocristal : approche théorique, numérique et expérimentale*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- FLOURIOT, S., FOREST, S., CAILLETAUD, G., KÖSTER, A., RÉMY, L., BURGARDT, B., GROS, V. et DELAUTRE, J. (2003a). Strain localization at the crack tip in single crystal CT specimens under monotonous loading : 3D Finite Element analyses and application to nickel-base superalloys. *International Journal of Fracture*, 124:43–77.
- FLOURIOT, S., FOREST, S. et RÉMY, L. (2003b). Strain localization phenomena under cyclic loading : application to fatigue of single crystals. *Computational Materials Science*, 26:61–70.
- FOREST, S. (1996). *Modèles mécaniques de la déformation hétérogène des monocristaux*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- FOREST, S. (2006). *Milieux continus généralisés et matériaux hétérogènes*. Les Presses de l'Ecole des Mines. Ecole des Mines de Paris, Paris.
- FOREST, S., BOUDIBI, P. et SIEVERT, R. (2001). Strain localization patterns at a crack tip in generalized single crystal plasticity. *Scripta Materialia*, 44(6):953–958.
- FOREST, S. et PILVIN, P. (1996). Modelling the cyclic behaviour of two-phase single crystal nickel-base superalloys. In PINEAU, A. et ZAOUI, A., éditeurs : *IUTAM Symposium on Micromechanics of Plasticity and Damage of Multiphase Materials*, pages 51–58. Kluwer Academic, Netherlands.



- FORMAN, R., KEARNEY, V. et ENGLE, R. (1967). Numerical analysis of crack propagation in cyclic-loaded structures. *Journal of Basic Engineering*, 89:459–464.
- FORSYTH, P. J. E. (1962). A two stage process of fatigue crack growth. In *Crack propagation : Proceedings of Cranfield Symposium*, pages 76–94. Her Majesty's Stationery Office, London.
- FRANCIOSI, P. (1978). *Plasticité à froid des monocristaux CFC : étude du durcissement latent*. Thèse de doctorat, Université Paris XIII.
- FRANCIOSI, P., BERVEILLER, M. et ZAOUI, A. (1980). Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta Metallurgica*, 28:273–283.
- FRANCOIS, D., PINEAU, A. et ZAOUI, A. (1992). *Comportement mécanique des matériaux : élasticité et plasticité*. Hermès.
- FRANCOIS, D., PINEAU, A. et ZAOUI, A. (1993). *Comportement mécanique des matériaux : viscoplasticité, endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. Hermès.
- FRANCOIS, M. (1989). *Rôle de l'oxydation dans l'endommagement en fatigue thermique de l'alliage MarM509 pour aubes fines de turbomachines*. Mémoire CNAM, Conservatoire National des Arts et Métiers.
- GALLERNEAU, F. et CHABOCHE, J.-L. (1999). Fatigue Life Prediction of Single Crystals for Turbine Blade Applications. *International Journal of Damage Mechanics*, 8:405–427.
- GRIFFITH, A. A. (1921). The phenomenon of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of The Royal Society*, A221:163–197.
- GU, I. et RITCHIE, R. O. (1999). On the Crack-Tip Blunting Model for Fatigue Crack Propagation in Ductile Materials. In PANONTIN, T. L. et SHEPPARD, S. D., éditeurs : *Fatigue and Fracture Mechanics : 29th volume - ASTM STP 1332*. American Society for Testing and Materials.
- GUERRE, C. (2002). *Etude des mécanismes d'endommagement d'un système barrière thermique déposé sur un superalliage base nickel*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- HANRIOT, F. (1993). *Comportement du superalliage monocristallin AM1 sous sollicitation cycliques*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- HANRIOT, F., CAILLETAUD, G. et RÉMY, L. (1991). Mechanical behaviour of a nickel-based superalloy single crystal. In FREED, A. et WALKER, K., éditeurs : *High temperature constitutive modelling - Theory and application*, pages 139–150. ASME, New-York.
- HARTMAN, G. et JOHNSON, D. (1987). D-C Electric-Potential Method Applied to Thermal/Mechanical Fatigue Crack Growth. *Experimental Mechanics*, 27(1):106–112.
- HAZOTTE, A. et LACAZE, J. (1989). Chemically oriented gamma prime plate development in a nickel-base superalloy. *Scripta Metallurgica*, 23:1877–1882.
- HELGELAND, O. (1965). Cyclic hardening and fatigue of copper single crystals. *Journal of the Institute of Metals*, 93:570–575.
- HENDERSON, M. B. et MARTIN, J. W. (1996). The influence of crystal orientation on the high temperature fatigue crack growth of a Ni-based single crystal superalloy. *Acta Materialia*, 44(1):111–126.
- HICKS, M. A. et BROWN, C. W. (1984). A Comparison of Short Crack Growth Behavior in Engineering Alloys. In BEEVERS, C. J., éditeur : *Fatigue 84. Proceedings of the 2nd Conference on Fatigue and Fracture Thresholds*, volume 3, pages 1337–1347, Birmingham, UK. EMAS, Warley.

- HGINARD, G. (1992). *Contribution à l'étude de l'anisotropie de l'écrouissage à 650° C dans les monocristaux de superalliages à base nickel AM3 et CMSX2*. Thèse de doctorat, Université Paris Nord.
- HUTCHINSON, J. W. (1968). Singular behavior at the end of a tensile crack in a hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 16:13–31.
- IRWIN, G. R. (1957). Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24:361–364.
- IRWIN, G. R. (1960). Plastic zone near a crack and fracture toughness. *In Proceedings of the Seventh Sagamore Ordnance Materials Conference*, volume 4, pages 63–78, Syracuse University.
- JAOU, B. (1965). *Etude de la plasticité et application aux métaux*. Dunod, Paris.
- JOHNSON, H. (1965). Calibrating the Electric Potential Method for Studying Slow Crack Growth. *Material Research and Standards*, 5(9):442–445.
- KING, J. E. (1982). Surface damage and near-threshold fatigue crack growth in a Ni-base superalloy in vacuum. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 5:177–188.
- KISSINGER, R. D., DEYE, D. J., ANTON, D. L., CETEL, A. D., NATHAL, M. V., POLLOCK, T. M. et WOODFORD, D. A., éditeurs (1996). *Superalloys 1996*. Warrendale, Pennsylvania.
- KORNER, A. (1989). The dislocation structure in Ni3(Al,Ti) above the temperature of the maximum in flow stress. *Philosophical Magazine Letters*, 60(3):103–110.
- KOSTER, A., ALAM, A. M. et RÉMY, L. (2002). A physical-base model for life prediction of single crystal turbine blades under creep-fatigue loading and thermal transient conditions. *In RÉMY, L. et PETIT, J., éditeurs : Temperature-Fatigue Interaction*, pages 203–212.ESIS Publication 29 - Elsevier, Paris.
- LAIRD, C. (1967). The Influence of Metallurgical Structure on the Mechanisms of Fatigue Crack Propagation. *In Fatigue Crack Propagation - ASTM STP 415*, pages 131–180. American Society for Testing and Materials.
- LAIRD, C. et SMITH, G. C. (1962). Crack propagation in high stress fatigue. *Philosophical Magazine*, 7(77):847–857.
- LARSSON, S. G. et CARLSSON, A. J. (1973). Influence of non-singular stress terms and specimen geometry on small-scale yielding at crack tip in elastic-plastic solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 21:263–277.
- LEMAITRE, J. (1992). *A course on damage mechanics*. Springer-Verlag, Berlin, New-York.
- LEMAITRE, J. et CHABOCHE, J.-L. (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Sciences Sup. Dunod, Paris, 1 édition.
- LEMAITRE, J. et CHABOCHE, J.-L. (1990). *Mechanics of Solid Materials*. Cambridge University Press, Cambridge.
- LEMAITRE, J., SERMAGE, J.-P. et DESMORAT, R. (1999). A two scale damage concept applied to fatigue. *International Journal of Fracture*, 97:67–81.
- LERCH, B. A. et ANTOLOVICH, S. D. (1990). Fatigue crack propagation behavior of a single crystalline superalloy. *Metallurgical Transactions A*, 21A:2169–2177.
- LEVENBERG, K. (1944). A method for the resolution of certain non-linear problems in least squares. *Quarterly of Applied Mathematics*, 2:164–168.
- LEVKOVITCH, V. (2005). *Classical and extended crystal-plasticity and its application to fatigue of FCC single crystals*. Thèse de doctorat, Universität Dortmund.

- LEVKOVITCH, V., SIEVERT, R. et SVENDSEN, B. (2003). Life analysis of a FCC single crystal and simulation of crack propagation by blunting and re-sharpening. In HERRERA, C. A., éditeur : *International Conference on Computational and Experimental Engineering and Sciences*, Greece. Tech Science Press.
- LEVKOVITCH, V., SIEVERT, R. et SVENDSEN, B. (2005). Simulation of fatigue crack propagation in ductile metals by blunting and re-sharpening. In *International Conference on Fracture 11*, Turin, Italy.
- LI, S. et SMITH, D. (1998). Development of an anisotropic constitutive model for single-crystal superalloy for combined fatigue and creep loading. *International Journal of Mechanical Sciences*, 40(10):937–948.
- LIEBOWITZ, H. (1968). *Fracture*, volume II. New-York, 1st édition.
- LORENTZ, E. (1999). *Lois de comportement à gradients de variables internes : construction, formulation variationnelle et mise en oeuvre numérique*. Thèse de doctorat, Université Paris 6.
- MA, B.-T. et LAIRD, C. (1989a). Overview of fatigue behaviour in copper single crystals - I. Surface morphology and stage I crack initiation sites for tests at constant strain amplitude. *Acta Metallurgica*, 37:325–336.
- MA, B.-T. et LAIRD, C. (1989b). Overview of fatigue behaviour in copper single crystals - II. Population, size, distribution and growth kinetics of stage I cracks for tests at constant strain amplitude. *Acta Metallurgica*, 37(337-348).
- MALPERTU, J.-L. (1987). *Fatigue mécano-thermique d'un superalliage à base de nickel*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- MARCHAL, N., FLOURIOT, S., FOREST, S. et RÉMY, L. (2006). Crack-tip stress-strain fields in single crystal nickel-base superalloys at high temperature under cyclic loading. *Computational Materials Science*, 37(42-50).
- MARX, M. et VEHOFF, H. (2004). Propagation of microcracks in single crystalline nickel-based superalloys : size effects on the crack opening. *Materials Science and Engineering A*, 387-389:511–515.
- MATAN, N., COX, D. C., CARTER, P., RIST, M. A., RAE, C. M. F. et REED, R. C. (1999a). Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of misorientation and temperature. *Acta Materialia*, 47(5):1549–1563.
- MATAN, N., COX, D. C., RAE, C. M. F. et REED, R. C. (1999b). On the kinetic of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals. *Acta Materialia*, 47(7):2031–2045.
- MCCCLINTOCK, F. A. (1963). On the Plasticity of the Growth of Fatigue Cracks. In DRUCKER, D. C. et GILMAN, J. J., éditeurs : *Fracture of Solids*, pages 65–102. Interscience, New-York.
- McMEEKING, R. M. (1977). Finite Deformation Analysis of Crack-Tip Opening in Elastic-Plastic Materials and Implications for Fracture. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 25(5):357–381.
- MEISSONNIER, F., BUSSO, E. P. et O'DOWD, N. (2001). Finite element implementation of a generalised non-local rate-dependent crystallographic formulation for finite strains. *International Journal of Plasticity*, 17(4):601–640.
- MILNE-THOMSON, L. (1968). *Theoretical Hydrodynamics (fifth edition)*. Macmillan, London.
- MINER, R. V., GABB, T. P., GAYDA, J. et HEMKER, K. J. (1986). Orientation and temperature dependence of some mechanical properties of the single-crystal nickel-base superalloy

- René N4 : Part III. Tension-compression anisotropy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 17A:507–512.
- MORÉ, J. (1977). The Levenberg-Marquardt algorithm : Implementation and theory. In WATSON, G., éditeur : *Numerical Analysis Proceedings*, Lecture Notes in Mathematics, pages 105–116. Springer Verlag, Berlin, Germany.
- MOËS, N., DOLBOW, J. et BELYTSCHKO, T. (1999). A finite element method for crack growth without remeshing. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 46:131–150.
- MUGHRABI, H. (1978). The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals. *Materials Science and Engineering*, 33:207–223.
- MUGHRABI, H., WANG, R., DIFFERT, K. et ESSMANN, U. (1983). Fatigue crack initiation by cyclic slip irreversibilities in high-cycle fatigue. In LANKFORD, J., DAVIDSON, D., MORRIS, W. L. et WEI, R. P., éditeurs : *Quantitative Measurement of Physical Damage - ASTM STP 811*, pages 5–45. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- MUKHERJI, D., JIAO, F., CHEN, W. et WAHI, R. P. (1990). Deformation behavior and microstructural evolution in IN738LC under creep and tensile loadings. In COMMISSION OF THE EUROPEAN COMMUNITIES , éditeur : *High Temperature Materials for Power Engineering*, volume 2, pages 1067–1076, Liège, Belgium.
- MÉRIC, L. (1991). *Une modélisation mécanique du comportement des monocristaux*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- MÉRIC, L. et CAILLETAUD, G. (1991). Single Crystal Modeling for Structural Calculations. Part 2 - Finite Element Implementation. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 113(3):171–182.
- MÉRIC, L., POUBANNE, P. et CAILLETAUD, G. (1991). Single Crystal Modelling for Structural Calculations : Part 1 - Model Presentation. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 113(1):162–170.
- NABARRO, F. R. N. (1996). The thermodynamic driving force for rafting in superalloys. *Acta Materialia*, 44(8):3189–3198.
- NAZMY, M., DENK, J., BAUMANN, R. et KÜNZLER, A. (2003). Environmental effects on tensile and low cycle fatigue behavior of single crystal nickel base superalloys. *Scripta Materialia*, 48(5):519–524.
- NAZMY, M., KÜNZLER, A., DENK, J. et BAUMANN, R. (2002). The effect of strain rate on the room temperature tensile properties of single crystal superalloys. *Scripta Materialia*, 47(8):521–525.
- NEUMANN, P. (1974a). New experiments concerning the slip processes at propagating fatigue cracks - I. *Acta Metallurgica*, 22:1155–1165.
- NEUMANN, P. (1974b). The geometry of slip processe at a propagating fatigue crack - II. *Acta Metallurgica*, 22:1167–1178.
- NEUMANN, P., VEHOFF, H. et FUHLROTT, H. (1977). On the mechanisms of fatigue crack growth. In TAPLIN, D., éditeur : *International Conference on Fracture 4*, volume 2, page 1313, Waterloo, Canada.
- NOUAILHAS, D. (1990). Un modèle de viscoplasticité cyclique pour matériaux anisotropes à symétrie cubique. *Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences - série II*, 310:887–890.
- NOUAILHAS, D. et CAILLETAUD, G. (1992). Comparaison de divers critères anisotropes pour monocristaux cubiques à faces centrées. *Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences - série II*, 315:1573–1579.

- NOUAILHAS, D. et CAILLETAUD, G. (1996). Finite element analysis of the mechanical behavior of two-phase single-crystal superalloys. *Scripta Materialia*, 34(4):565–571.
- NOUAILHAS, D. et CULIÉ, J.-P. (1991). Development and Application of a Model for Single Crystal Superalloys. In *International Conference on High Temperature Constitutive Modeling*, Atlanta, USA. ASME.
- NOUAILHAS, D., CULIÉ, J.-P., CAILLETAUD, G. et MÉRIC, L. (1995). Finite element analysis of the stress-strain behavior of single crystal tubes. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 14(1):137–154.
- NOUAILHAS, D. et LHUILLIER, S. (1997). On the micro-macro modelling of gamma/gamma prime single crystal behavior. *Computational Materials Science*, 9:177–187.
- NOUAILHAS, D., PACOU, D., CAILLETAUD, G., HANRIOT, F. et RÉMY, L. (1993). Experimental Study of the Anisotropic Behaviour of the CMSX2 Single Crystal Superalloy under Tension-Torsion Loadings. In McDOWELL, D. et ELLIS, R., éditeurs : *Advances in multiaxial fatigue - ASTM STP 1191*, pages 244–258.
- PAN, L.-M., SCHEIBLI, I., HENDERSON, M. B., SHOLLOCK, B. A. et MCLEAN, M. (1995). Assymmetric creep deformation of a single crystal superalloy. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(4):1375–1384.
- PARIS, P. (1960). *The Growth of Cracks Due to Variations in Loads*. Thèse de doctorat, Lehigh University.
- PARIS, P. (1964). Fatigue, An Interdisciplinary Approach. In BURKE, J., REED, N. et WEISS, V., éditeurs : *10th Sagamore Army Materials Research Conference*, pages 107–127. Syracuse University Press.
- PARIS, P., BUCCI, R. J., WESSEL, E. T., CLARK, W. G. et MAGER, T. R. (1972). Extensive study of low fatigue crack growth rates in A533 and A508 steels. In *Stress analysis and growth of cracks - ASTM STP 513*, pages 141–176. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- PARKS, D. (1974). A Stiffness Derivative Finite Element Technique for Determination of Crack Tip Stress Intensity Factors. *International Journal of Fracture*, 10:487–502.
- PEARSON, S. (1975). Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, 7:235–247.
- PEDERSEN, T. O. (1998). Remeshing in analysis of large plastic deformations. *Computers and Structures*, 67:279–288.
- PELLOUX, R. M. N. (1969). Mechanisms of formation of ductile fatigue striations. *Transactions of the American Society for Metals*, 62:281–285.
- PFENNIG, A. (2005). SOCRAX Report D2.4.2 - The characterisation of the short/long crack growth behaviour of the single crystal superalloys AM1 and PWA1483 : Crack growth data and structural observations. Rapport technique, Commission Européenne - ONERA.
- POMMIER, S. (2003). Cyclic plasticity and variable amplitude fatigue. *International Journal of Fatigue*, 25:983–997.
- POMMIER, S. et RISBET, M. (2005). Time derivative equations for mode I fatigue crack growth in metals. *International Journal of Fatigue*, 27:1297–1306.
- POPE, D. P. et EZZ, S. S. (1984). Mechanical properties of Ni3Al and nickel base alloys with high volume fraction of gamma prime. *International Metallurgical Reviews*, 29(3):136–167.
- POUBANNE, P. (1989). *Etude et modélisation du comportement mécanique d'un superalliage monocristallin pour aube de turbine*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale Paris.

- PRANDTL, L. (1923). Anwendungsbeispiele zu einem henckyschen Satz über das plastische Gleichgewicht. *Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*, 3:401–406.
- REED, P. et SINCLAIR, I. (2000). Fatigue Crack Path Prediction in UDIMET 720 Nickel-based Alloy Single Crystals. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A(1):109–123.
- REED, R. C., MATAN, N., COX, D. C., RIST, M. A. et RAE, C. M. F. (1999). Creep of CMSX-4 superalloy single crystals : effects of rafting at high temperature. *Acta Metallurgica*, 47(12):3367–3381.
- REUCHET, J. (1981). *Fatigue à haute température d'un superalliage moulé : interaction fatigue-oxydation*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- REUCHET, J. et RÉMY, L. (1983). Fatigue oxidation interaction in a superalloy - Application to life prediction in high temperature low cycle fatigue. *Metallurgical Transactions A*, 14A(1):141–149.
- REZAÏ-ARIA, F. (1986). *Fatigue thermique et fatigue anisotherme d'un superalliage à base de cobalt. Etude métallographique de l'endommagement et modélisation*. Doctorat d'état, Université Paris-Sud.
- REZAÏ-ARIA, F. et RÉMY, L. (1989). An oxidation fatigue interaction damage model for thermal fatigue crack growth. *Engineering Fracture Mechanics*, 34(2):283–294.
- RICE, J. R. (1967). Mechanics of Crack Tip Deformation and Extension by Fatigue. In *Fatigue Crack Propagation - ASTM STP 415*, pages 247–309. American Society for Testing and Materials.
- RICE, J. R. (1968). A path independent integral and the approximate analysis of strain concentrations by notches and cracks. *Journal of Applied Mechanics*, 35:379–386.
- RICE, J. R. (1974). Limitations to the small-scale yielding approximation for crack tip plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 22:17–26.
- RICE, J. R. (1987). Tensile crack tip fields in elastic-ideally plastic crystals. *Mechanics of Materials*, 6:317–335.
- RICE, J. R., HAWK, D. et ASARO, R. J. (1990). Crack tip Fields in Ductile Single Crystals. *International Journal of Fracture*, 42:301–321.
- RICE, J. R. et ROSENGREN, G. F. (1968). Plane strain deformation near a crack tip in a power law hardening material. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 16:1–12.
- RIEDEL, H. (1987). *Fracture at high temperatures*. Materials Research and Engineering. Springer-Verlag, Berlin.
- RIEDEL, H. et RICE, J. R. (1980). Tensile cracks in creeping solids. In *Fracture Mechanics : Twelfth Conference - ASTM STP 700*, pages 112–130. American Society for Testing and Materials.
- RITCHIE, R. O. et BATHE, H. J. (1979). On the calibration of the electrical potential technique for monitoring crack growth using finite element methods. *International Journal of Fracture*, 15(1):47–55.
- RITCHIE, R. O. et LANKFORD, J., éditeurs (1986). *Small Fatigue Cracks*. The Metallurgical Society of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Warrendale.
- ROYCHOWDHURY, S. et DODDS, R. H. (2004). Effect of T-stress on fatigue crack closure in 3-D small-scale yielding. *International Journal of Solids and Structures*, 41:2581–2606.
- RYDER, D. A. et LYNCH, S. P. (1977). The effect of environment and frequency on crack nucleation, stage I and stage II crack growth in two aluminium zinc magnesium alloys. In *The Influence of Environments on Fatigue*. The Institute of Mechanical Engineers, London.

- RÉGER, M. (1984). *Amorçage et propagation des fissures à haute température dans un alliage à base de nickel*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- RÉGER, M. et RÉMY, L. (1988). Fatigue oxidation interaction in IN-100 superalloy. *Metalurgical Transactions A*, 19A:2259–2267.
- RÉMY, L. (1992). Oxidation effects in high temperature creep and fatigue of engineering alloys. In MAGNIN, T. et GRAS, J. M., éditeurs : *Corrosion-deformation interactions*, pages 425–459, Fontainebleau, France. Les Editions de Physique.
- RÉMY, L., BERNARD, H., MALPERTU, J. et REZAÏ-ARIA, F. (1993). Fatigue Life Prediction Under Thermal-Mechanical Loading in a Nickel-Base Superalloy. In SEHITOGLU, H., éditeur : *Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials - ASTM STP 1186*, pages 3–16. American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- SANSOZ, F. (2000). *Propagation des petites fissures de fatigue dans les zones de concentration de contraintes dans le superalliage N18*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- SANSOZ, F., BRETHERS, B. et PINEAU, A. (2002). Propagation of short fatigue cracks from notches in a Ni base superalloy : experiments and modelling. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structure*, 25(1):41–53.
- SCHMID, E. (1924). In *Int. Cong. Appl. Mech.*, page 342, Delft.
- SELLARS, C. M. et TEGART, W. J. M. G. (1966). La relation entre la résistance et la structure dans la déformation à chaud. *Mémoires scientifiques de la revue de métallurgie*, LXIII(9):731–746.
- SELLARS, C. M. et TEGART, W. J. M. G. (1972). Hot workability. *International Metallurgical reviews*, 17.
- SHAH, D. et CETEL, A. (2000). Evaluation of PWA1483 for large single crystal IGT blade applications. In POLLOCK, T. M., KISSINGER, R. D., BOWMAN, R. R., GREEN, K. A., MCLEAN, M. et SCHIRRA, J. J., éditeurs : *Superalloys 2000*, pages 295–304, Champion, Pennsylvania, USA.
- SHAH, D. et CETEL, A. D. (1996). Creep anisotropy in nickel base gamma, gamma prime and gamma/gamma prime superalloys. In KISSINGER, R. D., DEYE, D. J., ANTON, D. L., CETEL, A. D., NATHAL, M. V., POLLOCK, T. M. et WOODFORD, D. A., éditeurs : *Superalloys 1996*, page 782, Warrendale. The Minerals, Metals and Materials Society.
- SHAH, D. et DUHL, D. N. (1984). The effect of orientation, temperature and gamma prime size on the yield strength of a single crystal nickel base superalloy. In GELL, M. et KORTOVICH, C. S., éditeurs : *Superalloys 1984*, pages 105–114. TMS.
- SIMS, C. T., STOLOFF, N. S. et HAGEL, W. C., éditeurs (1987). *Superalloys II*. Wiley, New-York.
- SONIAK, F. (1989). *Fissuration en fatigue d'un superalliage de la métallurgie des poudres, l'ASTROLOY : Influence de la longueur de fissure et de la température*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- STATON-BEVAN, A. E. (1983). The orientation and temperature dependence of the work hardening rate of single crystals Ni<sub>3</sub>(Al,Ti). *Philosophical Magazine*, 47(6):939–949.
- STRAWLEY, J. E. (1976). Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E 399 standard fracture toughness specimens. *International Journal of Fracture*, 12:475–476.
- SURESH, S. (1998). *Fatigue of materials*. Solid State Science Series. Cambridge, G.B., 2nd édition.

- SURESH, S. et RITCHIE, R. O. (1984). Propagation of short fatigue cracks. *International Metals Reviews*, 29(6):445–476.
- SURESH, S., ZAMISKI, G. F. et RITCHIE, R. O. (1981). Oxide-induced crack closure : an explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behavior. *Metallurgical Transactions*, 12A:1435–1443.
- TETZLAFF, U. et MUGHRABI, H. (2000). Enhancement of the High Temperature Tensile Creep Strength of Monocrystalline Nickel-Base Superalloys by Pre-rafting in Compression. In POLLOCK, T. M., KISSINGER, R. D., BOWMAN, R. R., GREEN, K. A., MCLEAN, M. et SCHIRRA, J. J., éditeurs : *Superalloys 2000*, pages 273–282, Champion, Pennsylvania, USA.
- THOMPSON, N., WADSWORTH, N. J. et LOUAT, N. (1956). The origin of fatigue fracture in copper. *Philosophical Magazine*, 1:113–126.
- TVERGAARD, V. (2004). On fatigue crack growth in ductile materials by crack-tip blunting. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52:2149–2166.
- TVERGAARD, V. (2005). Overload effects in fatigue crack growth by crack-tip blunting. *International Journal of Fatigue*, 27:1389–1397.
- TVERGAARD, V. (2006). Effect of underloads or overloads in fatigue crack growth by crack-tip blunting. *Engineering Fracture Mechanics*, 73:869–879.
- TVERGAARD, V. et HUTCHINSON, J. W. (2002). Crack growth per cycle by blunting and void growth. In BLOM, A. F., éditeur : *Eighth International Fatigue Congress*, volume 1, pages 107–116, Stockholm, Sweden. EMAS.
- TVERGAARD, V. et NEEDLEMAN, A. (1984). Analysis of cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica*, 32:157–169.
- VASSEUR, E. (1993). *Fatigue anisotherme et microstructures de superalliages colonnaires*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- VERREMAN, Y. et ESPINOSA, G. (1997). Comportement des fissures courtes en fatigue. In BATHIAS, C. et BAILON, J.-P., éditeurs : *La fatigue des matériaux et des structures*, pages 333–363. Hermès, Paris, France, 2nd edition édition.
- VERSNEYDER, F. I. et GUARD, R. W. (1960). Directional grain structure for high temperature strength. *Transactions of the American Society for Metals*, 52:485.
- VERSNEYDER, F. I. et SHANK, M. E. (1970). The development of columnar grain and single crystal high temperature materials through directional solidification. *Materials Science and Engineering*, 6(4):213–247.
- VISWANATHAN, R. et SCHEIRER, S. T. (2001). Materials Technology for Advanced Land Based Gas Turbines. In ENGINEERS, J. S. o. M., éditeur : *Seventh International Conference on Creep and Fatigue at Elevated Temperatures*, Tsukuba, Japan.
- WALSTON, W. S., O HARA, K. S., ROSS, E. W., POLLOCK, T. M. et MURPHY, W. H. (1996). A New Type of Microstructural. Instability in Superalloys - SRZ. In KISSINGER, R. D., DEYE, D. J., ANTON, D. L. et CETEL, A. D., éditeurs : *Superalloys 1996*, pages 9–18, Warrendale, Pennsylvania, USA. The Minerals, Metals and Materials Society.
- WANG, C., BARTER, S. et LIU, Q. (2003). A Closure Model to Crack Growth Under Large-scale Yielding and Through Residual Stress Fields. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 125(2):183–190.
- WARD, G., HOCKENHULL, B. S. et HANCOCK, P. (1974). The effect of cyclic stressing on the oxidation of a low carbon steel. *Metallurgical Transactions*, 5(6):1451–1455.



WOOD, G. C., STOTT, F. H., WHITTLE, D. P., SHIDA, Y. et BASTOW, B. D. (1983). The high temperature internal oxidation and intergranular oxidation of nickel chromium alloys. *Corrosion Science*, 23(1):9–25.

YEH, N. et KREMPL, E. (1993). An incremental life prediction law for multiaxial creep-fatigue interaction and thermomechanical loading. In MCDOWELL, D. et ELLIS, R., éditeurs : *Advances in multiaxial fatigue - ASTM STP 1191*, pages 107–119.

YUEN, J. L., ROY, P. et NIX, W. (1984). Effect of oxidation kinetics on the near threshold fatigue crack growth behavior of a nickel base superalloy. *Metallurgical Transactions*, 15A: 1769–1775.